



Tiago José Figueiredo Alves

Licenciado em Ciências de Engenharia Mecânica

**Desenvolvimento de um novo Padrão
Gravimétrico de medição de caudal de
fluidos entre 200 mL/h e 2000 mL/h**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Mecânica

Orientador: Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira Martins,
Professor Auxiliar, FCT/UNL – DEMI

Coorientadora: Mestre Elsa Batista, Responsável do
Laboratório de Volume, Instituto Português da Qualidade

Júri

Presidente: Prof. Doutora Helena Vítorovna Guitiss Navas

Arguente: Doutora Maria Isabel Araújo Godinho

Arguente: Prof. Doutora Ana Sofia Leonardo Vilela de Matos

Vogal: Prof. Doutor Rui Fernando dos Santos Pereira Martins



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro 2016

“Desenvolvimento de um novo Padrão Gravimétrico de medição de caudal de fluidos entre 200 mL/h e 2000 mL/h”

Copyright ©, Tiago José Figueiredo Alves, Faculdade de Ciências e Tecnologias, Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Em primeiro lugar agradecer à minha família, nomeadamente aos meus pais e irmão, por todo o apoio ao longo destes anos de vida académica.

Em segundo lugar agradecer à Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa e a todos os professores que contribuíram ao longo da minha formação académica.

Em terceiro lugar, um agradecimento ao Doutor Rui Fernando Martins, do DEMI, pelo acompanhamento tão cuidado e empenhado, ao longo do desenvolvimento da dissertação.

Em quarto lugar, um agradecimento à Mestre Elsa Batista, pelo apoio diário ao longo do estágio e por toda a orientação durante o projeto.

Em quinto lugar, um cumprimento ao meu amigo e colega João Robarts, pelo companheirismo ao longo do estágio.

Para terminar, e não menos importante, agradecer à minha namorada Liliana Soares e aos meus amigos mais próximos por toda a paciência e apoio que me deram nesta fase final da minha vida académica.

Resumo

Atualmente a verificação e o controlo de caudal está cada vez mais presente em diferentes atividades, tais como a indústria farmacêutica, alimentar e química, bem como o controlo da qualidade de fluidos em plataformas petrolíferas, entre outras. Assim, surge a necessidade de se desenvolverem padrões gravimétricos de medição de caudal de fluidos que permitam a rastreabilidade e a calibração de instrumentos medidores de caudal.

O projeto de medição de caudal de fluidos até 2000 mL/h tem como objetivo o desenvolvimento de um novo padrão gravimétrico, visando a prestação de serviços de medição de caudal pelo Instituto Português da Qualidade (IPQ), e está a ser desenvolvido no âmbito duma parceria entre o Laboratório de Volume e Caudal (LVC-IPQ) e o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa.

O desenvolvimento deste projeto tem como base o método gravimétrico, i.e., a utilização de uma balança para determinar a massa escoada do instrumento de medição, utilizando um gerador de caudal, que consiste numa bomba acoplada a um caudalímetro mássico. Este padrão irá permitir a determinação do erro do instrumento de medição, pela comparação entre a indicação e o valor obtido na balança. Estes dados são adquiridos de forma automática, utilizando uma aplicação informática desenvolvida em ambiente de programação gráfica *LabView®*.

Todas as medições são efetuadas sob condições ambientais controladas, sendo monitorizadas e registadas: a temperatura, a pressão e a humidade relativa. A temperatura do líquido de calibração (água) é também controlada e registada, permitindo a correção dos resultados obtidos. Este trabalho considera também a avaliação de todas as fontes de incertezas associadas.

Pela análise dos resultados obtidos ao longo da validação do padrão implementado, verifica-se que para o caudal de 200 mL/h o erro de leitura do padrão situa-se à volta de -0,90 %, enquanto para o caudal de 2000 mL/h, o erro de leitura do padrão encontra-se na ordem de -0,23 %. Concluindo-se portanto que o valor do erro de medição de caudal tende a baixar à medida que o caudal medido é maior. Comportamento semelhante verifica-se na evolução do valor das incertezas, também estas tendem a baixar à medida que o caudal em teste é superior.

Palavras-Chave: Caudalímetro, Calibração, Incertezas, Medição de Caudal, Método Gravimétrico

Abstract

Flow measurement and control are nowadays evermore present in different activities, such as, pharmaceutical, food and chemical industries, among other applications. Hereby, the necessity of traceable calibrations of liquid flow rates up to 2000 mL/h arises and aims to correlate fluid flow with gravimetric measurement principles.

The fluid flow measurement project has the objective of developing a novel gravimetric standard. This project is being developed in a partnership between Volume and Flow Laboratory (LVC-IPQ) of The Portuguese Institute of Quality (IPQ) and the Department of Mechanical and Industrial Engineering of The Faculty of Sciences and Technology of Universidade Nova de Lisboa.

The development of this project is based on the use of a scale to measure fluid mass generated by a gear pump coupled to a flowmeter. This future standard will allow instrument error determination up to 2000 mL/h of measurement by comparison between the scale and the flowmeter readings. Data is automatically acquired using LabView® software.

All measurements are carried out under controlled environmental conditions, with monitored temperature, pressure and relative humidity. Uncertainty analysis is also considered in this paper.

Through the analysis of the results obtained along the validation of the implemented standard it is verified that for the flow of 200 mL/h, the flowmeter error reading is -0.90 %, while for a flow of 2000 mL/h is -0.23 %. It is concluded that the flowmeter error reading tends to decrease as the flow rate is higher. Similar behaviour occurs in the evolution of the uncertainties.

Keywords: Flowmeter, Calibration, uncertainty, gravimetric method

Índice

Agradecimentos.....	V
Resumo	VII
Abstract.....	IX
Índice de Figuras	XV
Índice de Tabelas	XVII
Acrónimos e Siglas	XIX
Simbologia	XXI
Conceitos.....	XXIII
1. Dissertação de Mestrado – Apresentação e Âmbito.....	1
1.1. Estrutura da Dissertação	1
1.2. Enquadramento	2
1.3. Metrologia	5
1.4. Laboratório de Volume e Caudal.....	6
2. Introdução.....	9
2.1. Método Gravimétrico	9
2.2. Medição de Caudal.....	11
2.3. Funcionamento de um Caudalímetro de Coriolis	12
2.4. Breve Descrição de Estudos Similares realizados Nacionalmente e Internacionalmente	14
3. Incertezas	16
3.1. Incerteza de Medição	16
3.2. Avaliação da Incerteza de medição	18
3.2.1. Avaliação do Tipo A.....	18
3.2.2. Avaliação do Tipo B.....	19
3.3. Incerteza Padrão da grandeza de saída (mensuranda).....	22
3.4. Incerteza de medição expandida.....	23
3.5. Cálculo de Incertezas	25
Determinação da Incerteza na validação do padrão – 1ª e 2ª montagem experimentais (método gravimétrico).....	25
3.5.1. Parâmetros que influencia a medição	25

3.5.2.	Modelo de Cálculo	27
3.5.3.	Coeficientes de Sensibilidade	29
3.5.4.	Incertezas Padrão associadas às grandezas de entrada	30
3.5.5.	Incerteza Combinada.....	35
3.5.6.	Incerteza Expandida	35
3.6.	Determinação da incerteza do padrão implementado - 3ª montagem experimental	36
3.6.1.	Parâmetros que influenciam a medição	36
3.6.2.	Incertezas Padrão associadas às grandezas de entrada	36
3.6.3.	Incerteza Combinada.....	37
3.6.4.	Incerteza Expandida	38
4.	Desenvolvimento do padrão para medição de caudal	39
4.1.	Aspetos Preparatórios	39
4.1.1.	Condições Laboratoriais	39
4.1.2.	Evaporação.....	40
4.1.3.	Recipientes de Pesagem.....	40
4.1.4.	Sistemas de elevação.....	41
4.1.5.	Ligação entre tubos e equipamento	41
4.2.	Constituição do Padrão	42
4.2.1.	Caudalímetro de Coriolis	43
4.2.2.	Gerador de Caudal	44
4.2.3.	Tubagem.....	44
4.2.4.	Programa Computacional para controlo do caudalímetro e monitorização da bomba .	45
4.3.	Balanças utilizadas na validação do padrão	45
4.4.	Modelo para a medição de caudal	47
4.5.	Montagens Experimentais	49
4.5.1.	1ª Montagem Experimental – Validação Parcial do Padrão.....	49
4.5.2.	2ª Montagem Experimental – Validação Completa do Padrão	50
4.5.3.	3ª Montagem Experimental - Padrão Implementado	50
5.	Programas Computacionais	53
5.1.	Software para aquisição de dados da balança - LabView®	53
5.2.	Softwares para controlo e aquisição de dados do padrão (caudalímetro + bomba).....	55

5.2.1.	Software FlowDDE	55
5.2.2.	FlowPlot.....	58
6.	Procedimentos Experimentais.....	61
6.1.	Padrões de trabalho e Equipamentos Utilizados em determinação gravimétrica.....	61
6.2.	Modo operativo	63
6.2.1.	Condições Referência	63
6.3.	Procedimentos Experimentais – Calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos, pelo método gravimétrico.....	65
6.3.1.	Seringa Perfusora.....	65
6.3.2.	Bomba Peristáltica.....	67
6.3.3.	Caudalímetro de Coriolis	69
6.4.	Procedimentos Experimentais no âmbito da Implementação do Padrão	71
6.4.1.	Estudo de Evaporação	71
6.4.2.	Validação do Padrão Desenvolvido - 1ª Montagem Experimental.....	72
6.4.3.	Validação do padrão desenvolvido – 2ª Montagem Experimental.....	73
6.4.4.	Calibração de um caudalímetro, recorrendo ao uso do padrão secundário desenvolvido – 3ª Montagem Experimental	74
6.4.5.	Calibração da Balança Sartorius CCE2004	76
7.	Análise de Resultados.....	81
7.1.	Seringa Perfusora – BBraun Perfusor Space.....	81
7.2.	Bomba Peristáltica – BBraun Infusomat Space	83
7.3.	Caudalímetro de Coriolis	84
7.4.	Estudo de Evaporação	85
7.5.	Validação parcial do padrão desenvolvido – 1ª Montagem Experimental	86
7.6.	Validação completa do padrão desenvolvido - 2ª Montagem Experimental.....	87
7.7.	Calibração de um caudalímetro usando o padrão implementado – 3ª Montagem Experimental.....	94
8.	Conclusões/Desenvolvimentos Futuros	96
	Referências Bibliográficas	98

Índice de Figuras

Figura 1.1 - Organograma do IPQ	2
Figura 1.2 - Subsistemas do SPQ	3
Figura 1.3 - Domínios de atividade do LNM	4
Figura 1.4 - Laboratório de Pequenos Volumes	6
Figura 1.5 - Laboratórios de Médios e Grandes Volumes	7
Figura 2.1 - Contador de Fluidos	11
Figura 2.2 - Caudalímetro por Efeito de Coriolis, pertencente ao LVC do IPQ	12
Figura 2.3 - Disposição de componentes de um Caudalímetro de Coriolis	13
Figura 2.4 - Desfasamento entre os tubos	13
Figura 3.1 - Distribuição Normal	20
Figura 3.2 - Distribuição Retangular	21
Figura 3.3 - Distribuição Triangular	22
Figura 4.2 – Recipiente de pesagem 2	40
Figura 4.1 – Recipiente de pesagem 1	40
Figura 4.3 – Sistemas de Elevação	41
Figura 4.4 - Adaptador de ligação 1/4"	42
Figura 4.5 - Caudalímetro de Coriolis com bomba acoplada	43
Figura 4.6 - Gerador de Caudal	44
Figura 4.7 - Mettler Toledo XP 205	47
Figura 4.8 - Sartorius CCE 2004	47
Figura 4.9 - 1ª Montagem Experimental	49
Figura 4.10 - 2ª Montagem Experimental	50
Figura 4.11 - 3ª Montagem Experimental	51
Figura 5.1 – Painel Frontal da aplicação informática que permite a aquisição de dados da balança Mettler Toledo XP205	53
Figura 5.2 - Separador parâmetros da mesma aplicação informática	54
Figura 5.3 - Aspeto inicial do software FlowDDE	55
Figura 5.4 - Separador que possibilita a ligação de dois caudalímetros	56
Figura 5.5 - Aspeto dos painéis iniciais com dois caudalímetros ligados	57
Figura 5.6 - Janela inicial do software FlowPlot	58
Figura 5.7 - Painel principal do software FlowPlot	59
Figura 5.8 - Janela que possibilita a escolha da diretoria para gravação de dados	59
Figura 6.1 - Perfusor Space da marca BBraun	65
Figura 6.2 - Montagem experimental para calibração da Perfusor Space	66
Figura 6.3 - Infusomat Space da marca BBraun	67

Figura 6.4 - Montagem Experimental para calibração da Infusomat Space	68
Figura 6.5 - Caudalímetro de Coriolis.....	69
Figura 6.6 – Montagem experimental para calibração do caudalímetro pelo método gravimétrico.....	70
Figura 6.7- Caudalímetro em calibração através do padrão desenvolvido.....	74
Figura 6.8 - Posições de uma massa padrão durante um ensaio de excentricidade numa balança com prato quadrangular	79
Figura 7.1 - Imagem capturada do ficheiro Excel "Medição de caudal de doseadores de líquidos"	81
Figura 7.2- Repetibilidade do erro do caudalímetro.....	87
Figura 7.3 - Repetibilidade 1ª Fase de ensaios	88
Figura 7.4 - Repetibilidade 2ª Fase de ensaios	89
Figura 7.5 - Repetibilidade 3ª Fase de ensaios	89
Figura 7.6 - Reprodutibilidade dos resultados das 3 fases	92
Figura 7.7 - Reprodutibilidade dos resultados.....	95

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 - Descrição das grandezas das equações 2.1 e 2.2	10
Tabela 3.1 - Relação entre número de graus de liberdade efetivos e fator de expansão	24
Tabela 3.2 – Componentes de Incerteza associadas à calibração do caudalímetro pelo método gravimétrico	27
Tabela 3.3 - Legenda de grandezas.....	28
Tabela 4.1 – Especificações de capacidade de leitura de caudal.....	43
Tabela 4.2 - Especificações técnicas das balanças utilizadas.....	46
Tabela 4.3 – Descrição das grandezas da equação para cálculo de caudal	48
Tabela 6.1 – Especificações das balanças utilizadas nos ensaios experimentais	61
Tabela 6.2 - Condições ambientais recomendadas	63
Tabela 6.3 - Especificações técnicas do equipamento	65
Tabela 6.4 - Especificações técnicas do equipamento	67
Tabela 6.5 - Especificações técnicas do equipamento	69
Tabela 6.6 - Especificações técnicas do equipamento	74
Tabela 7.1 - Resultados da Perfusor Space para um caudal de 5 mL/h.....	82
Tabela 7.2 - Resultados da Infusomat Space para um caudal de 80 mL/h	83
Tabela 7.3 – Resultados de ensaios realizados ao caudalímetro de Coriolis.....	84
Tabela 7.4 - Resultados do estudo de evaporação.....	85
Tabela 7.5 – Média de caudal evaporado e desvio padrão	85
Tabela 7.6 - Resultados dos ensaios efetuados ao caudalímetro utilizando a balança Mettler Toledo XP205	86
Tabela 7.7 - Resultados 1ª fase de ensaios	90
Tabela 7.8 - Resultados 3ª Fase de ensaios.....	91
Tabela 7.9 - Resultados 3ª Fase de ensaios.....	91
Tabela 7.10- Resultados resultantes de 3 fases de ensaio	94

Acrónimos e Siglas

BIPM – *Bureau International des Poids et Mesures*

BPL – Boas Práticas Laboratoriais

CMC – Capacidade de medição e calibração

EN – *European Standards*

EURAMET – *European Association of National Metrology Institutes*

IPAC – Instituto Português de Acreditação

IPQ – Instituto Português da Qualidade

ISO – *International Organization for Standardization*

Lab View® – *Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*

LNM – Laboratório Nacional de Metrologia

LVC – Laboratório de Volume e Caudal

NP – Normas Portuguesas

ONA – Organismo Nacional de Acreditação

ONS – Organismo de Normalização Sectorial

OVM – Organismo de Verificação Metrológica

SPQ – Sistema Português da Qualidade

UMCA – Unidade de Metrologia Científica e Aplicada

UML – Unidade de Metrologia Legal

Simbologia

a	Valor da Incerteza apresentada
c_i	Coeficiente de Sensibilidade
D_{tanque}	Diâmetro interno do recipiente de recolha
D_{Tubo}	Diâmetro interno da tubagem
ε	Erro
h_R	Humidade relativa
I_E	Resultado da pesagem com recipiente vazio
I_L	Resultado da pesagem com recipiente cheio
k	Fator de expansão
m	Massa de fluido
n	Número de repetições
q	Valor obtido
\bar{q}	Valor médio
Q_m	Caudal mássico
Q_V	Caudal volúmico
R	Resolução da balança
s	Desvio padrão
T	Temperatura do líquido de calibração
t	Tempo
U	Incerteza de medição expandida
u	Incerteza-padrão
$u(bal)$	Incerteza associada à balança
$u(m)$	Incerteza associada à massa
$u(term)$	Incerteza associada ao termómetro
v_{Ef}	Graus de liberdade efetivos
VM	Valor medido
V_{Max}	Valor máximo obtido em n medições
V_{Min}	Valor mínimo obtido em n medições
VR	Valor real
X_i	Grandeza de entrada
Y	Grandeza de saída

γ	Coeficiente de expansão térmica do material
ρ_A	Massa volúmica do ar
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança
ρ_W	Massa volúmica do líquido de calibração à temperatura T
δQ_{evap}	Correção de caudal associada à evaporação
δQ_{rep}	Correção de caudal associada à repetibilidade
δm_{imp}	Correção de massa associada a impulsão
δT	<i>Drift</i> do termómetro
ΔT	Gradiente térmico
ΔVE	Variação da evaporação

Conceitos

Caudal Volúmico – Volume de líquido que atravessa uma dada área por unidade de tempo.

Caudal mássico – Massa de líquido que atravessa uma dada área por unidade de tempo.

Coeficiente cúbico de expansão térmica do material – Valor que representa a variação do volume de um determinado material com a temperatura, a uma determinada pressão.

Gravimetria – Método primário que consiste na medição da quantidade de líquido recolhido pela balança num determinado intervalo de tempo.

Massa Volúmica – Grandeza derivada definida como sendo o quociente da massa pelo volume, expressa nas unidades de quilograma por metro cúbico (kg/m^3). Esta grandeza pode ainda ser expressa em múltiplos e submúltiplos tais como: g/cm^3 , g/mL , e g/dm^3 .

1. Dissertação de Mestrado – Apresentação e Âmbito

1.1. Estrutura da Dissertação

Esta dissertação contém 9 capítulos que se dividem em subcapítulos, que por sua vez se distribuem em secções.

Primeiro Capítulo “Introdução” – Este capítulo surge com o intuito de apresentar esta Dissertação de Mestrado, fazendo referência à origem da mesma, bem como as suas diferentes etapas de desenvolvimento, com o propósito de sintetizar os objetivos da mesma.

Segundo Capítulo “Enquadramento Teórico” – Neste capítulo é abordada toda a componente teórica que sustenta o projeto a desenvolver, fazendo referência à Metrologia, a documentos fundamentais para a ciência de medição, a estudos similares desenvolvidos e a fundamentos teóricos fulcrais para o projeto. Aqui surge também uma breve abordagem ao método gravimétrico que vai ser a base do projeto a desenvolver. Por fim, é referenciado ainda, o Instituto Português da Qualidade.

Terceiro Capítulo “Incertezas” – Este capítulo aborda todo o processo de avaliação e determinação do erro e das incertezas, tendo como base o *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*.

Quarto Capítulo “Desenvolvimento do Padrão para medição de caudal” – Neste capítulo são abordadas todas as etapas de desenvolvimento do projeto efetuado no âmbito da dissertação, fazendo referência a todos os aspetos técnicos relevantes da mesmo.

Quinto Capítulo “Cálculo de Incertezas de Medição” – Neste capítulo são mencionadas todas as componentes de incerteza e apresentadas as respetivas fórmulas das mesmas, associadas a cada uma das fases do projeto.

Sexto Capítulo “Programas Computacionais” – Neste capítulo é apresentado um pequeno tutorial para uma correta utilização dos programas computacionais utilizados ao longo de todo o projeto.

Sétimo Capítulo “Procedimentos Experimentais realizados” – Neste capítulo são descritos todos os procedimentos experimentais e de calibração que serviram de sustento para o desenvolvimento do projeto e para que fosse possível validar o método.

Oitavo Capítulo “Discussão de Resultados” – Neste capítulo são expostos e comentados os resultados obtidos nos diferentes testes realizados, avaliando se os mesmos se encontram de acordo com o que seria expectável; e identificando possíveis fatores, caso estes não sejam o esperado.

Nono Capítulo “Conclusões e Desenvolvimentos Futuros” – Neste capítulo são mencionadas algumas conclusões que foram obtidas ao longo do desenvolvimento do projeto, bem como, alguns desafios futuros de forma a completar e melhorar o mesmo.

1.2. Enquadramento

Instituto Português da Qualidade (IPQ)

O Instituto Português da Qualidade (IPQ) é um instituto público que tem como função a coordenação do Sistema Português da Qualidade (SPQ) e de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe foram atribuídos por lei, a apresentação e a coordenação de atividades que tenham como objetivo contribuir para a demonstrar a credibilidade da ação dos agentes económicos, assim como o desenvolvimento das atividades necessárias às suas funções de Instituto Nacional de Metrologia e de Organismo Nacional de Normalização. Fazem parte do SPQ várias entidades e organizações como a ONS, OVM, Organismo Nacional de Acreditação, os Laboratórios Acreditados, entre outros (figura 1.1).

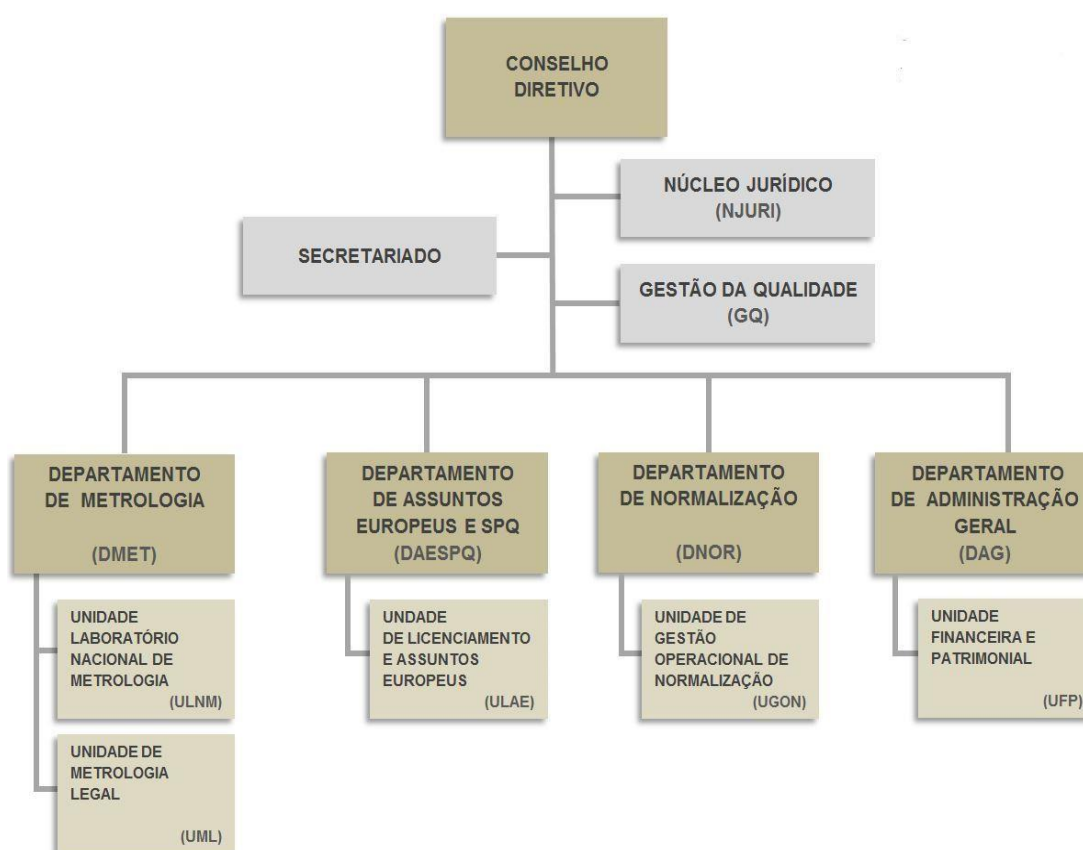


Figura 1.1 - Organograma do IPQ

O Sistema Português da Qualidade (SPQ) é o conjunto de entidades e organizações (como as mencionadas anteriormente) interrelacionadas e interagentes que, seguindo princípios, regras e procedimentos aceites internacionalmente, reúne esforços para a dinamização da qualidade em Portugal, assegurando a coordenação dos três subsistemas – da normalização, da qualificação e da metrologia – com vista ao desenvolvimento do país.

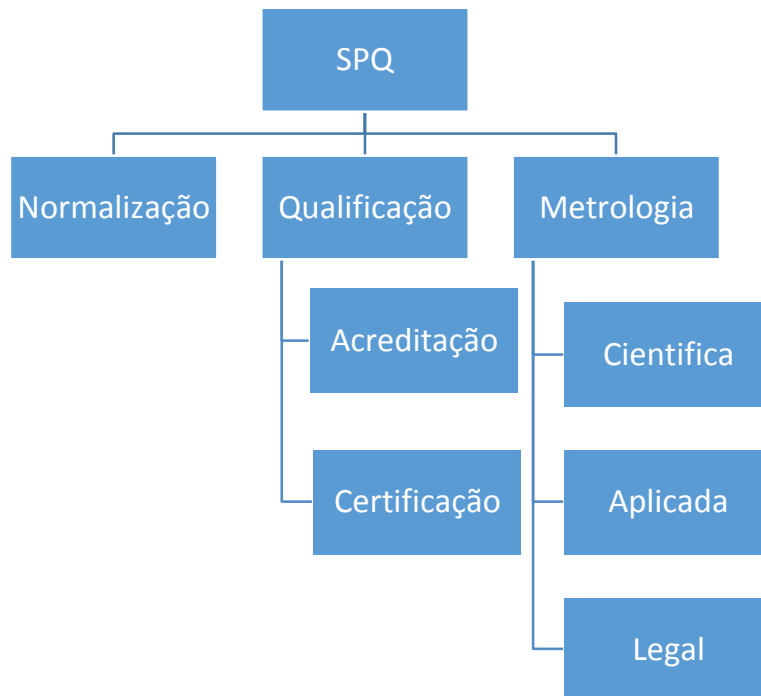


Figura 1.2 - Subsistemas do SPQ

A metrologia é o subsistema do Sistema Português da Qualidade que garante o rigor e a exatidão das medições efetuadas, garantindo a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional e internacional, cumprindo o objetivo constitucional da soberania no domínio dos padrões de medida e da verificação dos instrumentos de medição.

O Instituto Português da Qualidade tem a responsabilidade, a nível nacional, através do Laboratório Nacional de Metrologia (LNM) de realizar e manter os padrões nacionais das unidades de medida que se encontram a seu cargo, bem como promover e orientar a realização de padrões nacionais descentralizados, assegurando a sua rastreabilidade ao sistema internacional de unidades (SI) [1].

Departamento de Metrologia

A gestão e coordenação da estrutura da metrologia em Portugal é feita pelo Departamento de Metrologia do Instituto Português da Qualidade, que é constituído pela Unidade de Metrologia Científica e Aplicada – UMCA (Laboratório Nacional de Metrologia - LNM), – Unidade de Metrologia Legal – UML e o Museu de Metrologia, tendo como principais objetivos:

- Coordenar, desenvolver e manter os Padrões Nacionais de Medida, conservando os que estão na sua posse, e garantindo a sua rastreabilidade internacional;
- Participar nas organizações internacionais de metrologia fundamental, aplicada e industrial;
- Organizar a cadeia hierarquizada dos padrões de referência das entidades integradas no subsistema Metrologia;
- Implementar com o Serviço de Acreditação os ensaios nacionais de comparação dos padrões de referência dos laboratórios metrológicos acreditados;
- Apoiar tecnicamente as operações de controlo metrológico efetuadas pelo Serviço de Metrologia Legal;
- Participar em ensaios internacionais de comparação interlaboratorial;

Dentro do Laboratório Nacional de Metrologia, encontra-se o Laboratório de Volume e Caudal – LVC – onde foi desenvolvida parcialmente a presente dissertação, no entanto, o LNM possui outros domínios de atividade que se encontram esquematizados na figura 1.3[2].

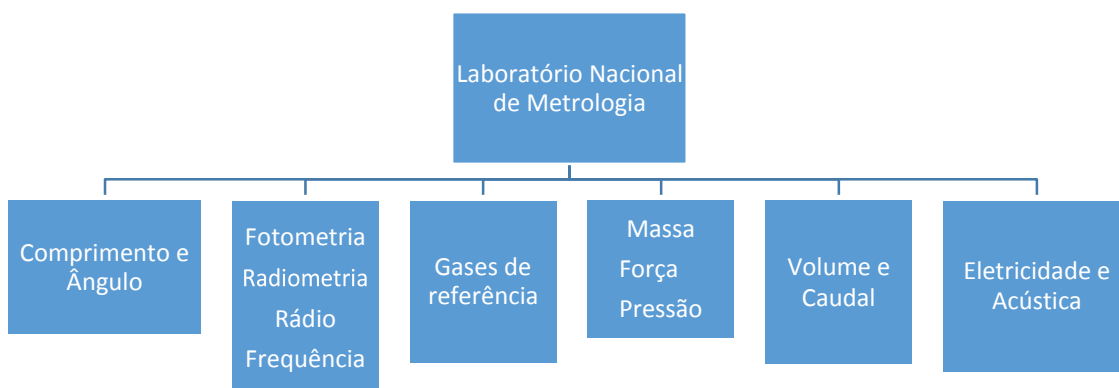


Figura 1.3 - Domínios de atividade do LNM

1.3. Metrologia

A origem da Metrologia encontra-se intrinsecamente ligada ao desenvolvimento de grandes civilizações antigas, nomeadamente, a civilização egípcia 3000 a.C.. Na época referida, começaram a aparecer os primeiros padrões de medição e medidas uniformizadas para existir algum controlo no comércio, construções e outras atividades, permitindo que existisse um maior rigor, precisão e normalização do processo.

Com a chegada dos tempos modernos, e um consequente maior desenvolvimento tecnológico, científico e económico, a Metrologia desenvolveu-se a nível da globalização, bem como da normalização de processos de medição, tornando-se uma atividade imprescindível nas sociedades contemporâneas.

No dia-a-dia, a Metrologia tem um papel fundamental desde a política até a ciência, e pode-se encontrar relacionada em diferentes momentos do dia, desde os radares para controlo de velocidade, os contadores das bombas de combustível, os contadores de água e gás e as balanças usadas nos supermercados, tendo portanto uma componente relevante no bem-estar das pessoas e no rigor e precisão com que se realizam vendas de bens e serviços.

A Metrologia é a ciência das medições, que incorpora todos os aspetos teóricos e práticos que garantem a exatidão e o rigor num processo de medição, procurando impor a qualidade de produtos e serviços através da calibração dos instrumentos de medição, sejam eles analógicos ou digitais, sendo a base necessária para a comparação e competitividade das empresas e da sociedade em geral [3].

Esta ciência possui três objetivos fundamentais:

- A definição de unidades de medida internacionalmente aceites;
- A realização das unidades de medidas através de métodos científicos específicos;
- O estabelecimento de cadeias de rastreabilidade, documentando a exatidão de uma medição;

1.4. Laboratório de Volume e Caudal

O Laboratório de Volume e Caudal – LVC – do IPQ é o topo da cadeia da rastreabilidade na área do volume e caudal, em Portugal. Este laboratório presta diferentes tipos de serviços, tais como a validação e melhoramento de padrões de calibração em parceria com universidades; coordena comparações nacionais em colaboração com o IPAC, participa regularmente em comparações da EURAMET - *European Association of National Metrology Institutes*; e realiza serviços de calibração para a indústria, nomeadamente a entidades de verificação metrológica, laboratórios químicos, analíticos e farmacêuticos[4].

O LVC é composto por três áreas distintas, consoante a grandeza a ser tratado:

- Laboratório de pequenos volumes (Instrumentos volumétricos de vidro e com êmbolo até 10L) (figura 1.4);



Figura 1.4 - Laboratório de Pequenos Volumes

- Laboratório de médios e grandes volumes (Recipientes volumétricos e graduados até 5000L) (figura 1.5);



Figura 1.5 - Laboratórios de Médios e Grandes Volumes

Nestes laboratórios, os métodos mais usados nas calibrações dos diferentes instrumentos são o método gravimétrico e método volumétrico. Sendo de referir que, o método gravimétrico apresenta uma menor incerteza e uma maior exatidão; no entanto, o método volumétrico é menos complexo de utilizar.

2. Introdução

2.1. Método Gravimétrico

A determinação exata e fiável de volume é um aspeto muito importante em diferentes atividades industriais e laboratoriais, sendo que os instrumentos volumétricos, são bastante utilizados em áreas como a biologia, a saúde, a farmacêutica e a química. De forma a minimizar e identificar prováveis erros de medição é necessário calibrar estes instrumentos de forma correta e com os métodos apropriados.

É igualmente importante, o estudo da progressão de erros da grandeza medida para se obter a incerteza do resultado final.

A Gravimetria consiste na determinação da massa de líquido escoado ou contido num recipiente a calibrar, na qual se realizam duas pesagens, uma com o recipiente cheio e outra com o recipiente vazio. Posteriormente, esta massa é convertida em volume através da equação 1 da norma NP EN ISO 4787 [5], à temperatura referência de 20°C. Para que se possa garantir uma boa aplicabilidade deste método é necessário cumprir alguns requisitos importantes, tais como, uma boa limpeza dos instrumentos e recipientes de pesagem e possuir as condições ambientais da sala de ensaio de acordo com o especificado na norma anteriormente referida.

Partindo das pesagens referidas anteriormente e utilizando-se as equações descritas de seguida, obtêm-se os valores de volume (equação 2.1) ou caudal (equação 2.2) tendo como base o método gravimétrico [6].

$$V_o = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(T - T_o)] \quad (\text{eq.2.1})$$

$$Q = \frac{1}{t_F - t_i} \left[((I_L - I_E) - (\delta_m)) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(T - 20)] \right] + \delta_{evap} \quad (\text{eq.2.2})$$

As grandezas da equação associada ao volume encontram-se descritas na tabela seguinte.

Tabela 2.1 - Descrição das grandezas das equações 2.1 e 2.2

Grandeza	Descrição da Grandeza
V_0	Volume a temperatura de referência t_o , em mL
I_L	Valor da pesagem com o recipiente cheio com líquido de calibração, em g
I_E	Valor da pesagem com o recipiente vazio, em g
ρ_W	Massa volúmica do líquido de calibração, à temperatura de calibração t , em g/mL
ρ_A	Massa volúmica do ar, em g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança, em g/mL
γ	Coefficiente de expansão térmica do material que constitui o recipiente a calibrar, em $^{\circ}\text{C}^{-1}$
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração, em $^{\circ}\text{C}$

Q	Caudal volúmico, em mL/s
t_f	Tempo final, em s
t_i	Tempo inicial, em s
I_L	Valor da pesagem final, em g
I_E	Valor da pesagem inicial, em g
δm_{imp}	Impulsão, em g
δ_{evap}	Evaporação, mL/s

2.2. Medição de Caudal

Uma medição ao ser efetuada tem sempre como objetivo alcançar um valor e uma medida do rigor com que esta foi realizada, estando portanto associada a toda a medição a sua respetiva incerteza.

A operação de medir uma determinada grandeza é então o conjunto de operações que têm o intuito de determinar o valor de uma grandeza e incerteza do parâmetro associado ao resultado da medição, incerteza essa que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser aceitavelmente atribuídos à grandeza medida [7].

A medição de caudal de fluidos deve ser fiável e exata, para que quando estejam envolvidas transações comerciais, estas sejam as mais justas e rigorosas possíveis. Para que este propósito seja cumprido, os instrumentos de medição de caudal devem ser calibrados por entidades competentes, de acordo com os procedimentos e padrões adequados.

Existem dois métodos para medição de caudal, o estático e o dinâmico. O método estático é baseado na medição de um determinado volume a um determinado caudal inicialmente definido. Com este tipo de método calibram-se contadores de fluidos (figura 2.1.), instrumentos que não medem caudal instantâneo, mas sim um caudal médio.



Figura 2.1 - Contador de Fluidos

O método dinâmico apoia-se na determinação de volume ou massa por unidade de tempo e é utilizado para calibração de caudalímetros, figura 2.2 (instrumentos que medem caudal instantâneo), sendo que, estes podem medir caudal volumétrico ou caudal mássico.

O caudal volumétrico, definido pela equação 2.2, é definido pela passagem de um determinado volume de fluido durante um período de tempo. Por outro lado, o caudal mássico, representado pela equação 2.3, é definido pela passagem de uma determinada massa de fluido durante um determinado período de tempo [8].

$$Q_v = \frac{V_0}{t} \quad (\text{eq.2.3})$$

$$Q_m = \frac{m}{t} \quad (\text{eq.2.4})$$



Figura 2.2 - Caudalímetro por Efeito de Coriolis, pertencente ao LVC do IPQ

2.3. Funcionamento de um Caudalímetro de Coriolis

Existem vários tipos de caudalímetros. Nesta tese foram utilizados os caudalímetros de Coriolis. O modo de funcionamento de um caudalímetro de Coriolis baseia-se no Princípio de Coriolis.

O princípio de Coriolis descreve a força que atua sobre um corpo, quando este é submetido a aceleração dentro de um sistema em rotação. Neste tipo de Caudalímetros, este efeito é simulado, substituindo-se o sistema em rotação por um sistema vibratório pelo qual o fluido se movimenta.

Os caudalímetros são compostos por dois tubos metálicos colocados simetricamente que se encontram submetidos a vibrações geradas por um oscilador colocado na parte inferior, e possuem ainda dois sensores posicionados a entrada e a saída do movimento do fluido, que permitem medir o desfasamento espacial e temporal provocado pela circulação do fluido no interior dos tubos (figura 2.3).



Figura 2.3 - Disposição de componentes de um Caudalímetro de Coriolis (adaptado de[9])

Este desfasamento referido, é diretamente proporcional à massa de fluido e a velocidade de circulação do mesmo, ou seja, quanto maior o desfasamento verificado, maior é o caudal que circula dentro dos tubos (figura 2.4) [9].

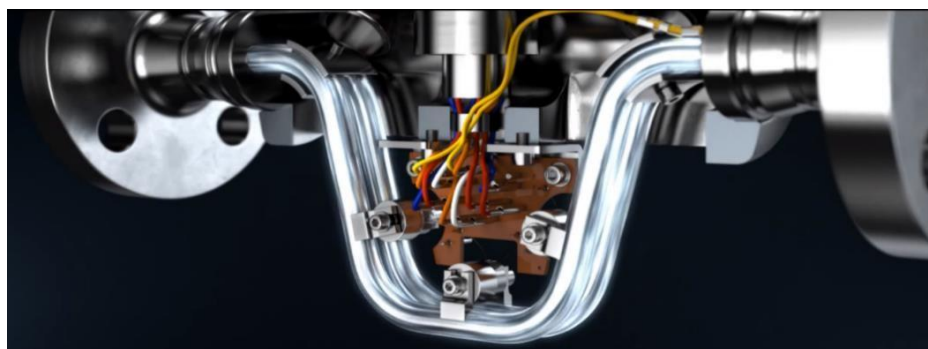


Figura 2.4 - Desfasamento entre os tubos (adaptado de [9])

2.4. Breve Descrição de Estudos Similares realizados Nacionalmente e Internacionalmente

Estudo realizado pelo *Czech Institute of Metrology* e *Slovak Institute of Metrology* [10]

Este estudo teve o objetivo de alargar a capacidade de calibração de Caudalímetros no CMI – *Czech Institute of Metrology* – para caudais mais baixos, usando o padrão gravimétrico em condições ambientais estabelecidas. O intervalo de caudal estudado foi de (0,001-100) mL/min. Para o desenvolvimento do estudo, a montagem experimental realizada possuía os seguintes componentes:

- Recipiente de armazenamento para diferentes tipos de líquidos;
- Um filtro de fluido para caudais abaixo de 500 g/h;
- Fonte de caudal, com uma bomba que funciona em intervalos de (10-600) g/h e (500-6000) g/h;
- Reguladores de caudal;
- Caudalímetro de Coriolis que funciona nos dois intervalos de caudal referidos (10-600 e 500-6000) g/h;
- Balança com intervalo de pesagem de 220 g com uma precisão de 0.1 mg
- *Software* de aquisição e tratamento de dados;
- Termómetros Pt100, classe 1/10B e Barómetros;

Algumas são as semelhanças entre o estudo referido anteriormente e esta dissertação de mestrado. Ambos os projetos utilizam como sistema padrão um caudalímetro de Coriolis, procurando-se através do método gravimétrico validar o mesmo. Foi com base no estudo referido que todas as montagens experimentais foram projetadas e implementadas.

Estudo realizado por André Bandeira no Instituto Português da Qualidade em colaboração com a Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa [11]

Este estudo teve como objetivo o desenvolvimento de um novo padrão gravimétrico de medição de caudal de fluidos que permitisse a extensão da capacidade de calibração para 600 mL/h. O equipamento utilizado no desenvolvimento do padrão foi:

- Bomba Nexus 3000;
- Sensor de Pressão;
- Seringas (aço inox ou vidro);
- Válvula manual;
- Sistema de aquisição de dados (*LabView®*);
- Recipiente de pesagem;
- Barómetro, termómetro e higrómetro;
- Líquido de calibração;
- Balança – *Mettler Toledo XP 205*
- Recipiente de purga;

Neste projeto, o caudal é gerado através de seringas que são colocadas numa bomba doseadora de líquidos, fazendo passar o fluido por uma tubagem em direção a balança onde este irá ser pesado. No sistema existe uma válvula para que seja possível direcionar o fluido para um copo, sendo possível assim realizar a purga do sistema (colocar o sistema em carga, retirando ar da tubagem) ou então, direcionar o fluido para a balança. A grande diferença deste estudo comparativamente com esta dissertação prende-se com o facto de a geração de caudal ser feita através de uma bomba Nexus 3000 (com a utilização de seringas) tornando-se menos prática a geração do fluxo.

3. Incertezas

Na realização de uma medição existe sempre um erro associado ao valor medido, ou seja, o valor correspondente a essa medição não é o valor real da mensurada, sendo apenas uma aproximação desse valor. O erro define-se portanto, como a diferença entre o valor real e o valor obtido na medição, sendo que este deve ser apresentado com a respetiva incerteza associada e as unidades correspondentes.

Em trabalhos experimentais, como é o caso da presente dissertação, muitas são as fontes de erro que contribuem para a incerteza de medição. Estes erros originam dispersões de medidas em torno do valor real da mensurada e podem estar relacionados com a ação humana, os equipamentos utilizados, processo de medição inadequado ou as condições ambientais presentes ao longo do trabalho experimental. Estes erros podem ser do tipo aleatório ou do tipo sistemático; consideram-se do tipo aleatório quando os resultados de sucessivas repetições são imprevisíveis, no entanto, à medida que o número de repetições aumenta, a média aproxima-se progressivamente do valor real; consideram-se do tipo sistemático quando afetam o resultado de forma constante, sendo a única forma de evitar este tipo de erros a identificação das causas que os originam e consequente eliminação das mesmas [12].

Considerando VR, o real valor da grandeza e VM, o valor medido, o erro traduz-se pela equação 3.1.

$$\varepsilon = VM - VR \quad (\text{eq.3.1})$$

3.1. Incerteza de Medição

A incerteza de uma medição é uma propriedade que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza mensurada e deve estar associada e acompanhar toda a medição, para que permita existir um certo grau de confiança de um intervalo onde se prevê que o valor medido está compreendido, i.e., quanto menor for a incerteza mais credibilidade científica tem o valor medido [12].

De forma a obter a estimativa da incerteza de medição do padrão desenvolvido na dissertação recorreu-se ao procedimento descrito no GUM[13], que recomenda as seguintes etapas:

- Exprimir em termos matemáticos a função de dependência da mensuranda Y em relação às grandezas de entrada X_i ;
- Identificar e efetuar todas as correções significativas, provenientes de erros conhecidos;
- Listar todas as fontes de incerteza;
- Avaliar o tipo de incerteza (A ou B);
- Calcular a incerteza-padrão para grandezas medidas com repetição de medição;
- Calcular os respetivos coeficientes de sensibilidade;
- Avaliar a necessidade de cálculo das covariâncias;
- Calcular a incerteza combinada;
- Calcular o fator de expansão k ;
- Determinar a incerteza expandida;

A mensuranda é a grandeza que se pretende medir e por norma, no âmbito da calibração de instrumentos, apenas se trabalha com uma mensuranda ou grandeza de saída Y , que depende de um determinado número de grandezas de entrada, $X_i (i = 1, 2, \dots, N)$ respeitando a relação seguinte:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (\text{eq.3.2})$$

Todas as grandezas de entrada têm um valor de incerteza respetivo, sendo que este valor pode ser determinado diretamente na medição, como avaliações baseadas na experiência e correções às indicações de instrumentos ou então provêm de origens externas à medição, como as grandezas associadas aos padrões de medição calibrados.

3.2. Avaliação da Incerteza de medição

A avaliação da incerteza de medição é realizada com base numa estimativa das grandezas de entrada que se dividem em dois tipos, o “Tipo A” e o “Tipo B”, que são sustentadas em distribuições de probabilidades:

- **Tipo A:** Avaliação realizada através da análise estatística de séries de observações, i.e., desvio padrão experimental da média;
- **Tipo B:** Avaliação efetuada por métodos de análise não estatística de séries de observações, i.e., certificados de calibração;

3.2.1. Avaliação do Tipo A

A avaliação de uma componente de incerteza do tipo A é feita através da análise estatística dos valores obtidos nas condições de medição especificadas. A análise estatística é realizada através do desvio-padrão experimental da média de um conjunto de observações, resultante do cálculo da média ou da análise de uma regressão matemática [14].

A avaliação do tipo A da incerteza-padrão pode ser aplicada nas condições de repetibilidade de uma das grandezas de entrada x_i , com o número de observações ($n > 1$) adquiridas sob as mesmas condições de medição, com a obtenção da estimativa da grandeza \bar{q} , utilizando a média aritmética das observações q_j ($j = 1, 2, \dots, n$) [13].

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad (\text{eq.3.3})$$

A raiz quadrada da variância experimental das observações $s(q)$ é o desvio-padrão experimental que oferece uma estimativa da variância correspondente da distribuição de probabilidades, caracterizando a dispersão do valor da média da grandeza de entrada \bar{q} [13].

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2} \quad (\text{eq.3.4})$$

A incerteza-padrão $u(x_i)$ da estimativa da grandeza \bar{q} de entrada é o desvio-padrão experimental da média (equação 3.5).

$$u(x_i) = s(\bar{q}) \quad (\text{eq.3.5})$$

3.2.2. Avaliação do Tipo B

Neste tipo de avaliação, a avaliação de uma componente de incerteza de medição não se realiza através de análise estatística de séries de observações [14].

A incerteza padrão associada $u(x_i)$ é avaliada por apreciação científica que tem como base informação disponível sobre a variabilidade possível de x_i , onde se pode incluir os seguintes tipos de informação:[13]

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento da mensuranda da instrumentação, das propriedades dos materiais e das técnicas de medição;
- Dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados;
- Especificações de fabricantes;
- Incertezas atribuídas a dados de referência obtidas em manuais ou outras publicações;

Consoante os diferentes tipos de valor em causa, aplicam-se diferentes distribuições de probabilidades, como por exemplo a distribuição normal, a distribuição retangular e a distribuição triangular.

Distribuição Normal

Quando uma determinada estimativa x_i é retirada de certificados de calibração, especificações de fabricantes ou de outras incertezas-padrão, a incerteza obtém-se efetuando a divisão desse valor de incerteza pelo valor do fator de expansão k [13].

$$u(x_i) = \frac{\text{Incerteza}}{k} \quad (\text{eq.3.6})$$

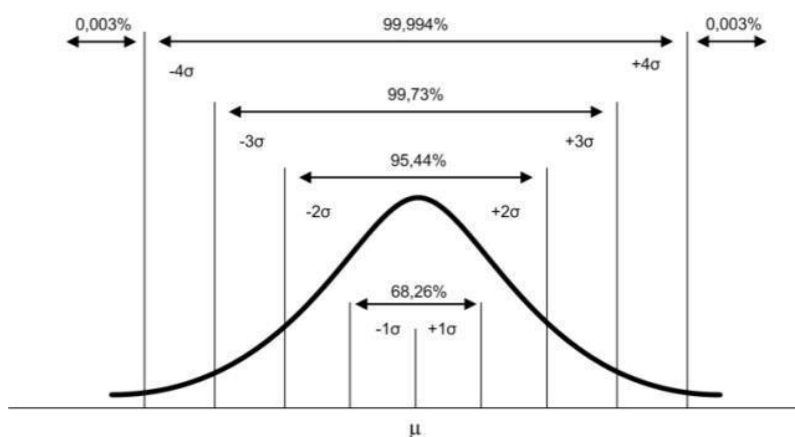


Figura 3.1 - Distribuição Normal

Distribuição Retangular

Este tipo de distribuição utiliza-se quando não se possui informação suficiente e é possível estimar os valores dos limites superior e inferior, a_+ e a_- , respetivamente da grandeza x_i sendo a incerteza-padrão calculada com a seguinte equação [13].

$$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{\sqrt{12}} \quad (\text{eq.3.7})$$

Caso o limite superior e o limite inferior tenham valores simétricos, então a equação para obter a incerteza-padrão da grandeza x_i transforma-se na equação seguinte.

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (\text{eq.3.8})$$

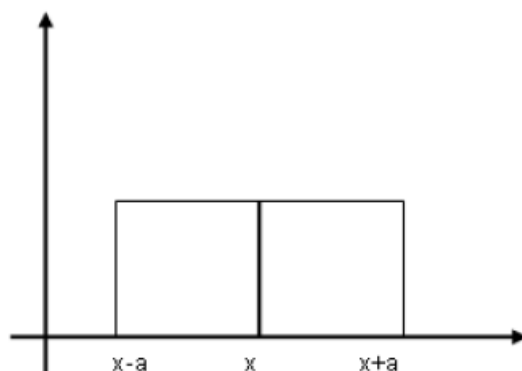


Figura 3.2 - Distribuição Retangular

Distribuição Triangular

Este tipo de distribuição aplica-se, quando sabemos antecipadamente, que os valores centrais da grandeza são mais prováveis que os valores limites [13].

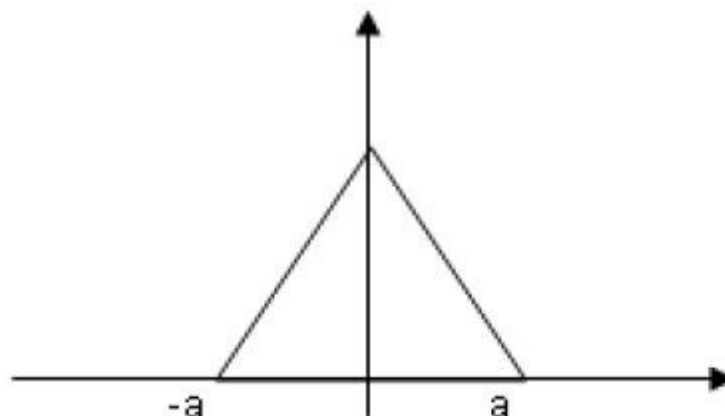


Figura 3.3 - Distribuição Triangular

A incerteza-padrão é dada pela equação 3.9.

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (\text{eq.3.9})$$

3.3. Incerteza Padrão da grandeza de saída (mensuranda)

Quando as grandezas de entrada são independentes entre si, ou seja, não estão correlacionadas entre si, a incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída y obtém-se através da seguinte equação [13].

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad (\text{eq.3.10})$$

Sendo portanto a grandeza $u_i(y)$, a contribuição para a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída y .

$$u_i(y) = c_i u(x_i) \quad (\text{eq.3.11})$$

Onde x_i é a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de entrada e c_i é o coeficiente de sensibilidade associado ax_i . O Coeficiente de sensibilidade demonstra como a estimativa de grandeza da saída y é afetada por cada uma das estimativas de entrada x_i .

O coeficiente de sensibilidade é dado pela equação 3.12 [13].

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad (\text{eq.3.12})$$

Na hipótese das grandezas de entrada serem correlacionadas, deve-se ter em atenção as covariâncias associadas, considerando-as como um fator para o incremento do valor da incerteza. Nestes casos a lei para a propagação da incerteza é dada pela seguinte equação [13].

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i, x_j) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(\frac{1}{2} c_{ij}^2 + c_{ij} \right) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad (\text{eq.3.13})$$

3.4. Incerteza de medição expandida

A incerteza de medição expandida U é obtida através da multiplicação da incerteza-padrão da grandeza de saída $u(y)$ por um fator de expansão k [13].

$$U = k u_c(y) \quad (\text{eq.3.14})$$

De forma a obter o fator de expansão adequado é necessário determinar os seus graus de liberdade efetivos, tendo em atenção a fiabilidade da incerteza-padrão $u_c(y)$. Os graus de liberdade efetivos ν_{ef} calculam-se através da fórmula de *Welch-Satterthwaite* expressa na seguinte equação[13].

$$v_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (\text{eq.3.15})$$

Em que $u_c(y)$ presente na equação 3.15, são as contribuições para a incerteza-padrão da estimativa de saída y resultante das incertezas-padrão das estimativas de entrada x_i .

Para uma determinada incerteza-padrão dos valores de entrada $u(\overline{q})$ obtida por uma avaliação do tipo A, o número de graus de liberdade efetivos é dado por $v_i = n - 1$. Caso a avaliação seja do tipo B, torna-se mais complicado estimar o número de graus de liberdade, porém, se por exemplo, são definidos limites a_- e a_{++} ; estes valores são usualmente escolhidos, para que a probabilidade da grandeza em questão estar fora destes limites seja extremamente pequena, sendo então os graus de liberdade assumido como $v_i \rightarrow \infty$.

Através da seguinte tabela de valores, baseada numa distribuição *t-student* obtém-se a relação do fator de expansão k , com os graus de liberdade v_{ef} . Caso v_{ef} não seja um valor inteiro, o que é usual, deve truncar-se v_{ef} para o inteiro imediatamente inferior [13].

Tabela 3.1 - Relação entre número de graus de liberdade efetivos e fator de expansão

v_{ef}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

O resultado final de uma medição deve portanto, apresentar a estimativa v_{ef} da mensuranda e a respetiva incerteza expandida U , da seguinte forma[13].

$$y \pm U \quad (\text{eq.3.16})$$

3.5. Cálculo de Incertezas

Determinação da Incerteza na validação do padrão – 1ª e 2ª montagem experimentais (método gravimétrico)

O cálculo da incerteza associada à medição de caudal pelo método gravimétrico é uma das fases fundamentais na realização deste projeto, para que seja possível realizar uma correta avaliação e discussão dos resultados que foram obtidos ao longo do mesmo. Para que o cálculo referido anteriormente fosse possível, foi necessário identificar todos os parâmetros que introduziram incerteza aos resultados de medição.

3.5.1. Parâmetros que influencia a medição

Neste subcapítulo são abordados todos os parâmetros que foram considerados como fatores que influem a medição de caudal, contribuindo assim para os valores de incerteza associados ao método gravimétrico [15].

Pesagem

Sendo o cálculo de caudal realizado tendo em conta o método gravimétrico (uso de uma balança) pode-se afirmar que a realização das pesagens é uma fase fundamental do procedimento experimental adotado. Os resultados das pesagens efetuadas podem ser influenciados por fatores como: a sensibilidade da balança, a resolução da balança, a calibração da balança, a classe e as massas volúmicas dos pesos da balança.

Temperatura do líquido de calibração (água)

A temperatura do líquido de calibração afeta diretamente a determinação da respetiva massa volúmica, devendo portanto ser medida com rigor antes da realização dos ensaios experimentais.

Massa volúmica do líquido de calibração (água)

Tendo em conta a massa volúmica do líquido de calibração utilizado nos ensaios experimentais pode-se converter a massa medida em volume. O valor da massa volúmica é determinado trimestralmente pelo Laboratório de Propriedades de Líquidos.

Condições ambientais do laboratório

As condições ambientais sentidas aquando da realização dos ensaios experimentais têm uma influência direta na determinação da massa volúmica do ar, bem como na evaporação verificada ao longo do ensaio.

Características do padrão

Uma das características consideradas é o coeficiente de expansão térmica do material que constitui o padrão utilizado.

Impulsão

A força de impulsão exercida pelo tubo, quando imerso no recipiente utilizado nas pesagens, é um fator que influencia os resultados das medições realizadas, que deve ser tido em conta no cálculo da incerteza de medição.

Tempo

No cálculo de caudal, o tempo é um parâmetro que influencia diretamente o resultado final.

Repetibilidade

Esta componente de incerteza é dada pelo número de ensaios realizados sob as mesmas condições, nomeadamente, pelo desvio padrão da média de uma série de resultados.

Todas as fontes de incerteza contabilizadas encontram-se na tabela seguinte, onde também é descrito o tipo de avaliação efetuada e o tipo de distribuição referentes a cada uma.

Tabela 3.2 – Componentes de Incerteza associadas à calibração do caudalímetro pelo método gravimétrico

Fonte de incerteza	Incerteza-padrão	Processo de Avaliação	Avaliação Tipo	Distribuição
Massa Final	$u(I_L)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Massa Inicial	$u(I_E)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Massa Volúmica da água	$u(\rho_w)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Massa Volúmica do ar	$u(\rho_A)$	Valor de Literatura	B	Retangular
Massa volúmica dos pesos da balança	$u(\rho_B)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Temperatura	$u(T)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Coeficiente de expansão térmico	$u(\gamma)$	Valor de literatura	B	Retangular
Evaporação	$u(\delta Q_{Evap})$	Diferença entre a média e o maior/menos valor obtido	B	Retangular
Impulsão	$u(\delta m_{imp})$	Certificado de Calibração	B	Normal
Tempo final	$u(t_F)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Tempo inicial	$u(t_i)$	Certificado de Calibração	B	Normal
Repetibilidade	$u(\delta Q_{rep})$	Desvio padrão dos ensaios	A	Normal

3.5.2. Modelo de Cálculo

O modelo de cálculo que serve de base para a determinação da incerteza de caudal volúmico é baseado na equação 4.1[15].

Considerando:

$$\delta m_{imp} = \left((I_L - I_E) \times \left(\frac{d_{tubo}}{d_{tanque}} \right)^2 \right) \quad (\text{eq.3.17})$$

Para efeitos de simplificação

$$\begin{cases} m = (I_L - I_E) \times \left[1 - \left(\frac{d_{tubo}}{d_{tanque}} \right)^2 \right] \\ A = \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \\ B = \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \\ C = [1 - \gamma(T - 20)] \end{cases}$$

Então, substituindo:

$$Q_v = \frac{1}{t_f - t_i} \left[\left((I_L - I_E) \times \left(1 - \left(\frac{d_{tubo}}{d_{tanque}} \right)^2 \right) \right) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T - 20)] \right] + \delta Q_{evap} \quad (\text{eq.3.18})$$

Onde:

Tabela 3.3 - Legenda de grandezas

Grandeza	Descrição da Grandeza
Q	Caudal Volúmico, em mL/s
I_L	Valor da pesagem com o recipiente cheio com líquido de calibração, em g
I_E	Valor da pesagem com o recipiente vazio, em g
ρ_W	Massa volúmica do líquido de calibração, à temperatura de calibração t , em g/mL
ρ_A	Massa volúmica do ar, em g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança, em g/mL
γ	Coefficiente de expansão térmica do material que constitui o recipiente a calibrar, em $^{\circ}\text{C}^{-1}$
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração, em $^{\circ}\text{C}$

t_f	Tempo final em s
t_i	Tempo inicial em s
δm_{imp}	Impulsão, em g
δ_{evap}	Evaporação, em mL/h
d_{tubo}	Diâmetro do tubo imerso no líquido de calibração, em cm
d_{tanque}	Diâmetro do recipiente de pesagem, em cm

3.5.3. Coeficientes de Sensibilidade

A relação geral entre a incerteza combinada $u(Q)$ e a incerteza associada a cada componente do balanço de incerteza é uma função do coeficiente de sensibilidade, c_i [15].

$$U_i(y) = c_i \times u(x_i), \text{ em que } c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

Para cada uma das variáveis tem-se o respetivo coeficiente de sensibilidade.

$$\frac{\partial Q}{\partial I_l} = \frac{1}{t_F - t_i} \times \left(1 - \left(\frac{d_{tubo}}{d_{tanque}} \right)^2 \right) \times A \times B \times C \quad (\text{eq.3.19})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial I_E} = -\frac{1}{t_F - t_i} \times \left(1 - \left(\frac{d_{tubo}}{d_{tanque}} \right)^2 \right) \times A \times B \times C \quad (\text{eq.3.20})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial m_{imp}} = \frac{1}{t_F - t_i} \times A \times B \times C \quad (\text{eq.3.21})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial \rho_W} = -\frac{1}{t_F - t_i} \times m \times B \times C \times \frac{1}{(\rho_W - \rho_A)^2} \quad (\text{eq.3.22})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial \rho_A} = \frac{1}{t_F - t_i} \times m \times C \times \left[\frac{1}{(\rho_W - \rho_A)^2} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) - \left(\frac{1}{\rho_B} \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \right) \right] \quad (\text{eq.3.23})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial \rho_B} = \frac{1}{t_F - t_i} \times m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2} \quad (\text{eq.3.24})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial T_0} = -\frac{1}{t_F - t_i} \times m \times A \times B \times \gamma \quad (\text{eq.3.25})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial (\delta Q_{\text{evap}})} = 1 \quad (\text{eq.3.26})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial t_F} = \frac{-(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)^2} \quad (\text{eq.3.27})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial t_i} = \frac{(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)^2} \quad (\text{eq.3.28})$$

$$\frac{\partial Q}{\partial \delta_{\text{rep}}} = 1 \quad (\text{eq.3.29})$$

3.5.4. Incertezas Padrão associadas às grandezas de entrada

- Incerteza associada a massa final

$$u(I_L) = \left[\left(\frac{u(\text{bal})}{2} \right)^2 + \left(\frac{\frac{R_{\text{Bal}}}{2}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{\delta \text{bal}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{e \text{bal}}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [\text{g}] \quad (\text{eq.3.30})$$

- Incerteza associada a massa inicial

$$u(I_E) = \left[\left(\frac{u(\text{bal})}{2} \right)^2 + \left(\frac{\frac{R_{\text{Bal}}}{2}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{\delta \text{bal}}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{e \text{bal}}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [\text{g}] \quad (\text{eq.3.31})$$

Em que:

$u(bal)$ – Incerteza da balança;

R_{bal} – Resolução da balança;

$ebal$ – Erro máximo da balança;

- **Incerteza Associada à Impulsão**

Considerando a equação 3.31

$$\delta m_{imp} = \left((I_L - I_E) \times \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right) \quad (\text{eq.3.32})$$

- **Coeficientes de sensibilidade para a impulsão:**

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tubo}} = (I_L - I_E) \times \left(2 \times \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right) \quad (\text{eq.3.33})$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tank}} = (I_L - I_E) \times \left(-2 \times \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^3} \right) \quad (\text{eq.3.34})$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_L} = \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \quad (\text{eq.3.35})$$

$$\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_E} = - \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \quad (\text{eq.3.36})$$

• Incerteza padrão:

$$u(\delta m_{imp}) = \left(u^2(D_{tube}) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tubo}} \right)^2 + u^2(D_{tan}) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial D_{tanque}} \right)^2 \right)^{1/2} \\ + \left(u^2(I_L) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_L} \right)^2 + u^2(I_E) \times \left(\frac{\partial \delta m_{imp}}{\partial I_E} \right)^2 \right)^{1/2} \quad (\text{eq.3.37})$$

Onde:

$$u(D_{tube}) = U_{paquimetro}/2 \text{ [cm]} \quad (\text{eq.3.38})$$

$$u(D_{tank}) = U_{paquimetro}/2 \text{ [cm]} \quad (\text{eq.3.39})$$

$$u(I_L) = \left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{\frac{R_{Bal}}{2}}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad (\text{eq.3.40})$$

$$u(I_E) = \left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{\frac{R_{Bal}}{2}}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad (\text{eq.3.41})$$

Então:

$$u(\delta m_{imp}) = \left[(I_L - I_E)^2 \times \left(\left(\frac{U_{paquimetro}}{2} \right)^2 \times \left(2 \times \frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right)^2 - \left(\frac{U_{paquimetro}}{2} \right)^2 \times \left(2 \times \frac{D_{tubo}^2}{D_{tanque}^3} \right)^2 \right) \right]^{1/2} \\ + \left[\left(\left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{\frac{R_{Bal}}{2}}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \right)^2 \times \left(\left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right)^2 - \left(\left[\left(\frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{\frac{R_{bal}}{2}}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \right)^2 \right. \right. \\ \left. \left. \times \left(\left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right)^2 \right]^{1/2} \quad (\text{eq.3.42})$$

Simplificando:

$$u(\delta m_{imp}) = \left((I_L - I_E) \times (U(paquimetro)) \times \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}^2} \right) \times \left[1 - \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tanque}} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \right) [g] \quad (eq.3.43)$$

- Incerteza associada à massa volúmica da água**

$$u(\rho_w) = \left(\left(\frac{\rho_w(T + u_{term}) - \rho_w(T - u_{term})}{2\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{u(cal. agua)}{2} \right)^2 \right)^{1/2} [g/mL] \quad (eq.3.44)$$

u_{term} – Incerteza do termómetro indicada no certificado de calibração;

$U(cal. agua)$ – Incerteza da certificação da massa volúmica da água;

T – Temperatura da água;

- Incerteza Padrão associada à massa volúmica do ar**

$$u(\rho_a) = \frac{0.000005}{\sqrt{3}} [g/mL] \quad (eq.3.45)$$

Equação válida, uma vez que o laboratório se encontra nas condições de temperatura, humidade e pressão especificadas na literatura, i.e. pressão atmosférica de 940 hPa a 1080 hPa, temperatura entre 18 °C e 30 °C e humidade inferior a 80 %.

- Incerteza padrão associada à massa volúmica das massas da balança**

$$u(\rho_B) = \frac{u(\rho_{mbal})}{2} \quad (eq.3.46)$$

$u(\rho_{mbal})$ – Incerteza da massa volúmica das massas indicadas no certificado de calibração das massas ou na OIML R111 [16].

- **Incerteza padrão associada ao coeficiente de expansão térmica do material**

$$u(\gamma) = \frac{5\% \gamma}{\sqrt{3}} \text{ [}^{\circ}\text{C}^{-1}\text{]} \quad (\text{eq.3.47})$$

γ – Coeficiente de expansão térmica cúbico do material

- **Incerteza associada à temperatura**

$$u(T) = \left[\left(\frac{u(\text{term})}{2} \right)^2 + \left(\frac{\delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [}^{\circ}\text{C}\text{]} \quad (\text{eq.3.48})$$

$u(\text{term})$ – Incerteza do termómetro;

δT – Deriva após calibração;

ΔT – Diferença entre as temperaturas do líquido de calibração no início e no final do ensaio;

- **Incerteza associada à evaporação**

$$u(\text{evap}) = \frac{\Delta \text{evap}}{\sqrt{3}} \text{ [mL/h]} \quad (\text{eq.3.49})$$

Δevap – Variação máxima entre os valores obtidos e a média;

- **Incerteza associada ao tempo**

$$u(t) = \frac{u(\text{cronómetro})}{2} \text{ [s]} \quad (\text{eq.3.50})$$

$u(\text{cronómetro})$ – Incerteza do cronómetro;

- **Incerteza associada à repetibilidade**

$$u(\delta V_{rep}) = \frac{s(V_o)}{\sqrt{n}} \text{ [mL]} \quad (\text{eq.3.51})$$

$s(V_o)$ – Desvio padrão da média de uma série de resultados

n – Número de ensaios

3.5.5 Incerteza Combinada

Quando y é uma função de várias variáveis $= f(p, q, \dots)$, a expressão geral para o cálculo das incertezas combinadas é:

$$\begin{aligned} u(Q) = & \left[\left(\frac{\partial Q}{\partial I_L} \right)^2 \times u^2(I_L) + \left(\frac{\partial Q}{\partial I_E} \right)^2 \times u^2(I_E) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta m_{imp}} \right)^2 \times u^2(\delta m_{imp}) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_w} \right)^2 \right. \\ & \times u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A} \right)^2 \times u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B} \right)^2 \times u^2(\rho_B) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \gamma} \right)^2 \times u^2(\gamma) \\ & + \left(\frac{\partial Q}{\partial T} \right)^2 \times u^2(T) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{Evap}} \right)^2 \times u^2(\delta_{Evap}) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_f} \right)^2 \times u^2(t) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_i} \right)^2 \\ & \left. \times u^2(t) + u(rep) \right]^{1/2} \quad (\text{eq.3.52}) \end{aligned}$$

3.5.6 Incerteza Expandida

A incerteza expandida é dada pela incerteza combinada multiplicada pelo fator de expansão k .

$$U = k \times u(Q) \quad (\text{eq.3.53})$$

3.6. Determinação da incerteza do padrão implementado - 3ª montagem experimental

A determinação da incerteza associada ao padrão implementado foi uma das fases finais do projeto. Para a determinação da mesma foram tidos em conta os seguintes parâmetros.

3.6.1. Parâmetros que influenciam a medição

- Resolução do padrão e do instrumento em teste
- Repetibilidade apresentada pelo padrão e pelo instrumento em teste
- Incerteza expandida do padrão (calculada pelo método gravimétrico)

3.6.2. Incertezas Padrão associadas às grandezas de entrada

- Incerteza padrão associada à resolução do padrão [15]

$$u(res) = \frac{res/2}{\sqrt{3}} \text{ [g/h]} \quad (\text{eq.3.54})$$

Res – Resolução do padrão;

- Incerteza padrão associada ao instrumento em calibração [15]

$$u(res) = \frac{res/2}{\sqrt{3}} \text{ [g/h]} \quad (\text{eq.3.55})$$

Res – Resolução do padrão;

- **Repetibilidade do padrão [15]**

$$u(\delta Q_{Rep}) = \frac{s(Q_0)}{\sqrt{n}} \text{ [g/h]} \quad (\text{eq.3.56})$$

$s(Q_0)$ – Desvio padrão da média de uma série de resultados;

n – Número de ensaios;

- **Repetibilidade do instrumento em calibração[15]**

$$u(\delta Q_{Rep}) = \frac{s(Q_0)}{\sqrt{n}} \text{ [g/h]} \quad (\text{eq.3.57})$$

$s(Q_0)$ – Desvio padrão da média de uma série de resultados;

n – Número de ensaios;

- **Incerteza expandida associada ao padrão**

Este valor provém dos resultados experimentais, aquando da validação do padrão pelo método gravimétrico.

3.6.3. Incerteza Combinada

$$u(Q) = \sqrt{\left(u(\delta Q_{Rep})_{padr\tilde{a}o}\right)^2 + \left(u(\delta Q_{Rep})_{instr.}\right)^2 + \left(u(res_{padr\tilde{a}o})\right)^2 + \left(u(res_{instr.})\right)^2 + \left(u_{padr\tilde{a}o}\right)^2} \quad (\text{eq.3.58})$$

3.6.4. Incerteza Expandida

A incerteza expandida resulta através da multiplicação da incerteza combinada pelo fator de expansão k .

$$U = k \times u(Q) \quad (\text{eq.3.59})$$

Então:

$$U = k \times \sqrt{\left(u(\delta Q_{Rep})_{padrão}\right)^2 + \left(u(\delta Q_{Rep})_{instr.}\right)^2 + \left(u(res_{padrão})\right)^2 + \left(u(res_{instr.})\right)^2 + \left(u_{padrão}\right)^2} \quad (\text{eq.3.60})$$

4. Desenvolvimento do padrão para medição de caudal

Os Caudalímetros são utilizados para medição de caudal utilizando diversos fluidos e a diferentes gamas de trabalho. Face à necessidade demonstrada pelos utilizadores, surgiu a necessidade de expandir o intervalo de calibração do Laboratório de Volume e Caudal do Instituto Português da Qualidade. Este projeto possibilitou a implementação de um padrão secundário para calibração de caudalímetros com capacidades até 2000 g/h, assegurando a respetiva rastreabilidade ao Sistema Internacional.

Inicialmente, o projeto teve início numa montagem experimental que foi sofrendo alterações ao longo do estágio, até se alcançar o padrão final que ficou implementado no LVC. Posto isto, nesta fase de desenvolvimento do padrão, pode-se identificar três grandes etapas de evolução:

- Definição dos componentes do padrão a desenvolver;
- Validação do padrão pelo método gravimétrico (esta fase conta com duas montagens experimentais);
- Implementação do padrão e respetivo uso do mesmo, com a calibração de um caudalímetro existente no laboratório.

4.1. Aspetos Preparatórios

Este subcapítulo aborda os aspetos que foram analisados e estudados, que sustentam uma correta e eficaz elaboração de todas as montagens experimentais realizadas ao longo do projeto, e por sua vez, tendo em vista a um melhor funcionamento do sistema padrão desenvolvido.

4.1.1. Condições Laboratoriais

O Laboratório de Volume e Caudal onde todo o projeto se desenvolveu possui condições ambientais como, temperatura, humidade e pressão, devidamente controladas; oferecendo portanto, condições experimentais sensivelmente constantes ao longo do tempo, aspeto este, relevante na validação do padrão e implementação do mesmo.

O laboratório oferece ainda piso antiderrapante e iluminação branca.

4.1.2. Evaporação

Como já foi referido anteriormente, a validação do padrão desenvolvido foi realizada através do método gravimétrico. A utilização deste método, para que seja a mais eficaz possível, requer a realização de um estudo de evaporação do líquido de calibração do copo de pesagem e respetiva balança.

Para que os efeitos da evaporação fossem minimizados, foram utilizados recipientes de pesagem fechados na parte superior, apenas com uma pequena entrada para a tubagem e as medições foram realizadas em pratos de pesagem devidamente fechados.

4.1.3. Recipientes de Pesagem

Ao longo da validação do padrão foram utilizados dois recipientes de pesagem. O primeiro recipiente de pesagem, de menor capacidade, foi utilizado na primeira montagem experimental com a balança *Mettler Toledo XP205*. É um pequeno copo de laboratório com 60 mL de capacidade e que possui no seu topo, uma pequena tampa de plástico com uma pequena entrada para a tubagem.

O segundo recipiente de pesagem foi utilizado na segunda montagem experimental e possui a capacidade ajustada para a validação de toda a gama de leitura do padrão. Este recipiente foi adaptado, partindo de um recipiente existente no laboratório, seguindo-se a realização de um furo, de diâmetro suficiente para a passagem da tubagem para o seu interior.



Figura 4.1 – Recipiente de pesagem 1



Figura 4.2 – Recipiente de pesagem 2

4.1.4. Sistemas de elevação

Com o intuito de garantir o nivelamento e estabilidade das montagens experimentais foram utilizados sistemas de elevação existentes no Laboratório de Volume e Caudal. Estes sistemas são importantes também, no sentido de garantirem a cota adequada ao padrão, aquando da sua validação pelo método gravimétrico (1ª e 2ª montagem experimental), para que fosse possível a entrada da tubagem no interior da caixa que protege os pratos de medição da balança. Foi atribuído um sistema de elevação a cada componente da montagem experimental, para que fosse possível ir realizando ajustamentos à cota, ao longo dos ensaios.

Os sistemas de elevação utilizados são os apresentados na seguinte imagem (figura 4.3).

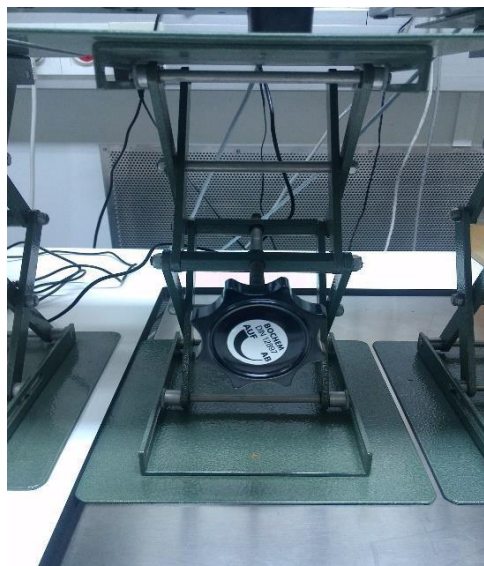


Figura 4.3 – Sistemas de Elevação

4.1.5. Ligação entre tubos e equipamento

As ligações entre tubos e equipamentos deve ser feita de modo a impossibilitar fugas ou contaminações com elementos externos do fluido. Foram instaladas porcas de aperto $\frac{1}{4}$ da marca Swagelok.

Esta ligação é feita através do enroscamento dos seguintes elementos mecânicos (figura 4.4):[17]

- Vedante cônico dianteiro;
- Vedante;
- Elemento de ligação ao equipamento: porca fêmea;



Figura 4.4 - Adaptador de ligação 1/4"

4.2. Constituição do Padrão

O novo padrão implementado no laboratório de volume e caudal para medição de fluidos é constituído pelos seguintes elementos:

- Caudalímetro de Coriolis com bomba acoplada (figura 4.5);
- Tubagem em 1/4";
- *Software* para aquisição de dados do caudalímetro e monitorização de caudal;

4.2.1. Caudalímetro de Coriolis

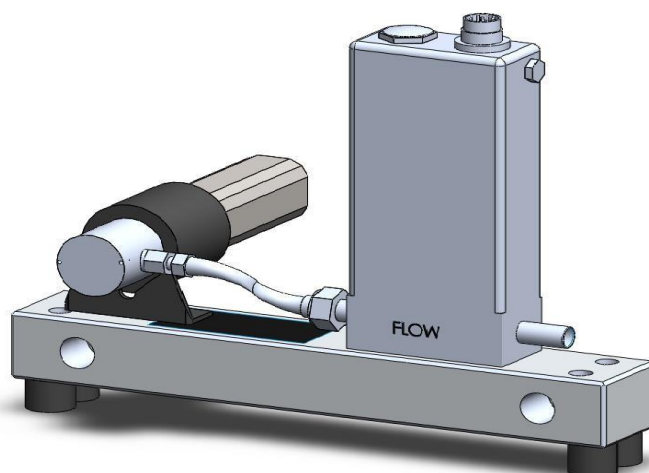


Figura 4.5 - Caudalímetro de Coriolis com bomba acoplada

O caudalímetro escolhido para integrar este padrão é designado por M13 Mini Cori-Flow da Bronkhorst Cori-Tech, com bomba acoplada para geração de caudal.

Tabela 4.1 – Especificações de capacidade de leitura de caudal (adaptado de [18])

Capacidade de leitura de caudal	
Escala Mínima Completa	50 g/h
Caudal Nominal	1000 g/h
Caudal Mínimo	1 g/h
Escala Máxima Completa	2000 g/h

Nota: Apesar de o caudalímetro ter a capacidade de realizar medições de caudal entre as 50 g/h e 2000 g/h, neste projeto só trabalhou com caudais iguais e superiores a 200 g/h.

4.2.2. Gerador de Caudal

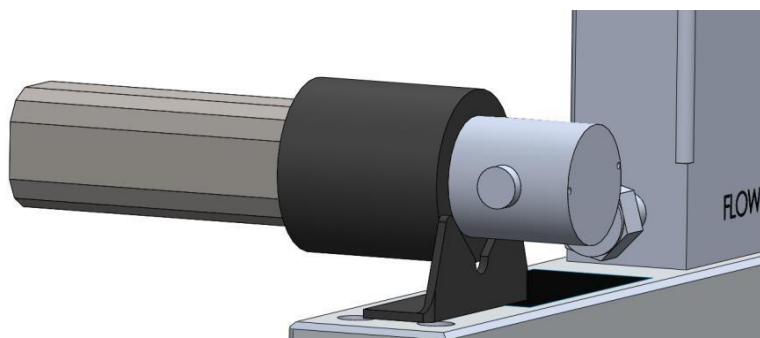


Figura 4.6 - Gerador de Caudal

A geração de caudal é realizada através de uma bomba Tuthill (figura 4.6) que se encontra acoplada ao caudalímetro e que tem capacidade para debitar caudais entre (200 a 2000) g/h [18].

Esta bomba é monitorizada através do *software FlowPlot*, no qual fazendo variar a intensidade de corrente e de diferença de potencial, consegue-se colocar a bomba a debitar o caudal predefinido no *software*.

4.2.3. Tubagem

Numa fase inicial, a tubagem foi realizada em Téflon de ¼". Este material possibilita verificar a evolução do escoamento ao longo de todo o percurso, bem como a existência de bolhas de ar, algo que é completamente indesejado. Com o desenvolver do projeto e a elaboração das novas montagens experimentais, o material constituinte da tubagem passou a ser o aço inoxidável de ¼", uma vez que este permite a elaboração de uma montagem experimental mais robusta e definitiva.

Outro fator importante para a escolha do aço inoxidável, prende-se com o facto de este possuir uma taxa de absorção e um coeficiente de expansão térmica muito baixos. O baixo coeficiente de expansão térmica possibilita minimizar a deformação do material da tubagem quando este se encontra sujeito a variações de temperatura, que podem influenciar o volume, e consequentemente, o caudal evidenciado.

Foram realizados cortes e curvas a 90° na tubagem, recorrendo a equipamentos presentes no Laboratório de volume e caudal.

4.2.4. Programa Computacional para controlo do caudalímetro e monitorização da bomba

O caudalímetro é conectado a um computador através de uma ligação RS232 e recorrendo ao programa computacional FlowDDE, fornecido pelo fabricante, estabelece-se uma plataforma digital entre o Windows e o caudalímetro, que permite a aquisição de dados. Pelo programa computacional FlowPlot faz-se a monitorização do caudal que se pretende que a bomba debite durante o ensaio, bem como o controlo do início e do fim da aquisição de dados. Mais à frente, apresenta-se um capítulo onde constam indicações para uma correta utilização das funcionalidades apresentadas pelos programas computacionais utilizados.

4.3. Balanças utilizadas na validação do padrão

Na primeira montagem experimental foi utilizada uma balança existente no laboratório de volume e caudal, da marca *Mettler Toledo* XP205. Esta balança não é a indicada para a validação do padrão na sua totalidade, uma vez que não apresenta uma capacidade máxima suficiente para poder verificar toda a gama de leitura de caudal que o caudalímetro do padrão possui.

Numa segunda montagem experimental, foi utilizada uma balança da marca *Sartorius* com o modelo CCE2004, que foi instalada ao longo da realização do projeto no laboratório de volume e caudal, e esta, já possui uma capacidade máxima suficiente para verificar todo o intervalo de leitura do caudalímetro.

Ambas as balanças oferecem a possibilidade de serem conectadas a um computador através de portas RS232, o que favorece a recolha de dados com recurso a uma aplicação desenvolvida em ambiente de programação gráfica *LabView®*. No entanto, esta recolha de dados diretamente para o computador, só foi feita com a balança *Mettler Toledo* XP205.

De seguida apresentam-se as especificações técnicas de ambas a balanças utilizadas ao longo do projeto.

Tabela 4.2 - Especificações técnicas das balanças utilizadas (adaptado de[19][20])

Modelo	XP 205	CCE 2004
Carga Máxima	220 g	2500 g
Resolução	0,01 mg	0,1 mg
Repetibilidade	0,03 mg (200g)	≤0,1 mg
Linearidade	0,1 mg	
Tempo de estabilização	2,5 s	< 10s
Ajuste de massas	-	Pesos Externos - 2000 g, Class E2

Modo Flow

A balança Mettler Toledo XP 205, em que a aquisição de dados era feita diretamente para o computador com o suporte de uma aplicação desenvolvida em ambiente gráfico *LabView®*, encontrava-se em modo “Flow”. Este modo é o adequado para testes dinâmicos de medição de caudal, uma vez que a balança apresenta uma maior capacidade de resposta a pequenas variações de carga.

Modo Normal

Por sua vez, a balança Sartorius CCE 2004 não se encontrava conectada ao computador, portanto, a aquisição de dados foi feita diretamente, através da leitura do mostrador da balança, encontrando-se esta no modo normal de funcionamento. Sendo usada neste modo, a balança despreza pequenas variações de carga, realizando pequenas aproximações ao valor fornecido pelo mostrador e necessitando, portanto, de um maior tempo de estabilização, podendo introduzir pequenos erros em estudos que necessitem de maior precisão e rigor.

De seguida apresenta-se duas representações visuais de ambas as balanças (figuras 4.7 e 4.8).

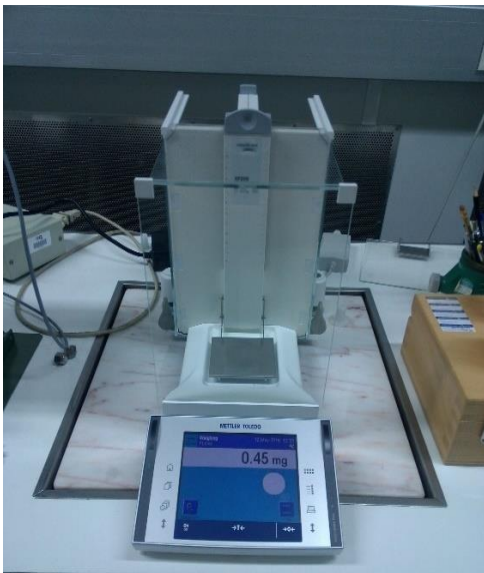


Figura 4.7 - Mettler Toledo XP 205

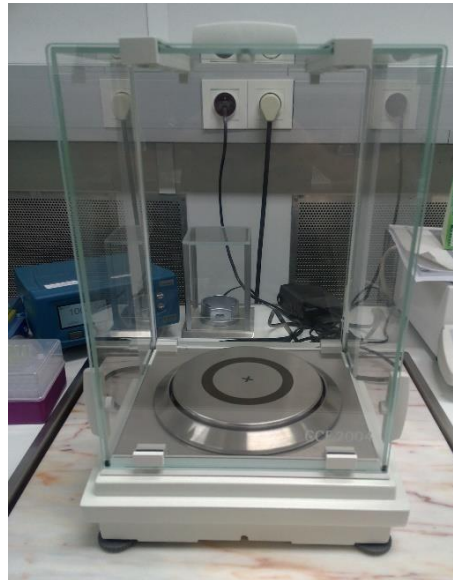


Figura 4.8 - Sartorius CCE 2004

4.4. Modelo para a medição de caudal

A determinação de caudal, partindo dos dados adquiridos pela balança, foi feita num documento Excel com o nome “ Medição de micro caudal.xlsx”, que usava como modelo de cálculo a seguinte equação.

$$Q_v = \frac{1}{t_f - t_i} \left[\left((I_L - I_E) - (\delta m_{imp}) \right) \times \frac{1}{\rho_W - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(20 - T_0)] \right] + \delta Q_{evap} \quad (\text{eq.4.1})$$

Tabela 4.3 – Descrição das grandezas da equação para cálculo de caudal

Grandeza	Descrição da Grandeza
Q	Caudal Volúmico, em mL/s
I_L	Valor da pesagem com o recipiente cheio com líquido de calibração, em g
I_E	Valor da pesagem com o recipiente vazio, em g
ρ_W	Massa volúmica do líquido de calibração, à temperatura de calibração t , em g/mL
ρ_A	Massa volúmica do ar, em g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança, em g/mL
γ	Coeficiente de expansão térmica do material que constitui o recipiente a calibrar, em $^{\circ}\text{C}^{-1}$
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração, em $^{\circ}\text{C}$
t_f	Tempo final em s
t_i	Tempo inicial em s
δm_{imp}	Impulsão, em g
δ_{evap}	Evaporação, em mL/h

4.5. Montagens Experimentais

4.5.1. 1ª Montagem Experimental – Validação Parcial do Padrão

Esta primeira montagem experimental, tal como a segunda, têm como objetivo a validação do padrão desenvolvido, através do método gravimétrico. A montagem é constituída por um gerador de caudal, que se encontra acoplada ao caudalímetro; uma tubagem em Téflon de $\frac{1}{4}$ e uma balança Mettler Toledo XP205. Esta não possui capacidade suficiente para a validação de toda a gama de leitura do padrão, sendo portanto, utilizada apenas para os primeiros ensaios de estabilidade ao padrão. De seguida, apresenta-se uma modelação em *SolidWorks* dos componentes constituintes desta primeira montagem e da sua disposição (figura 4.9).

De referir que a balança utilizada nesta montagem não apresenta o aspeto físico evidenciado na imagem, sendo apenas, representativa da mesma, bem como os componentes castanhos da imagem representam os sistemas de elevação. A balança representada na imagem corresponde à utilizada na segunda montagem experimental.

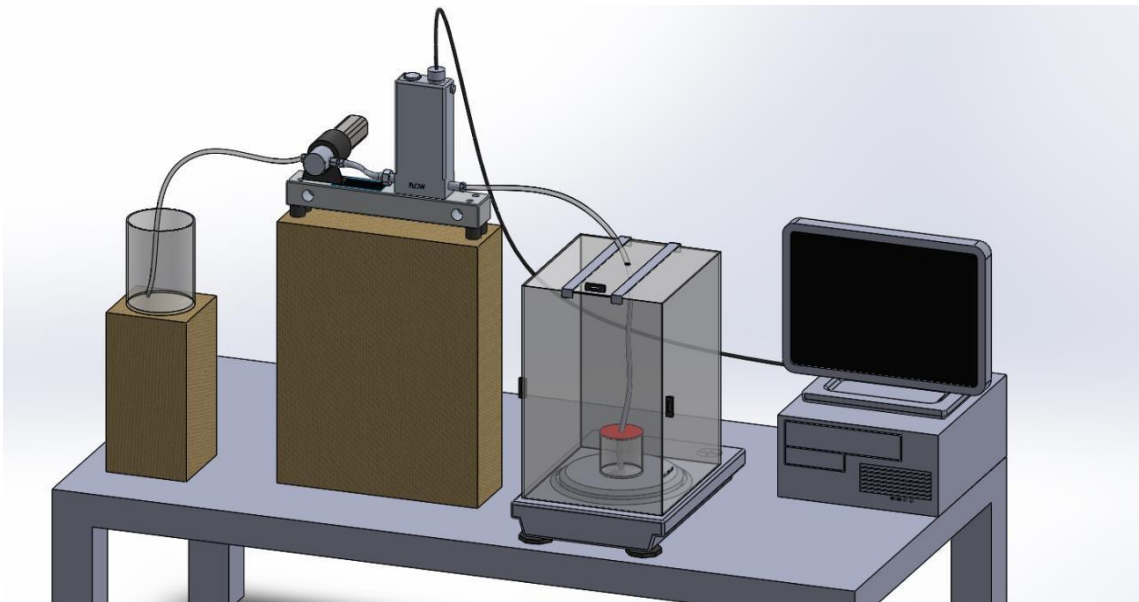


Figura 4.9 - 1ª Montagem Experimental

4.5.2. 2ª Montagem Experimental – Validação Completa do Padrão

Como foi referido anteriormente, a primeira e a segunda montagem experimental tinham o pressuposto de validar o sistema padrão desenvolvido, através do método gravimétrico. Esta montagem conta com um gerador de caudal acoplado ao caudalímetro; uma tubagem em aço inoxidável de $\frac{1}{4}$ " e a balança Sartorius CCE 2004. Através desta montagem, todo o padrão desenvolvido foi testado e validado, uma vez que esta balança já possui a capacidade máxima adequada para o efeito. Os blocos cinzentos presentes na imagem são representativos dos sistemas de elevação utilizados (figura 4.10).

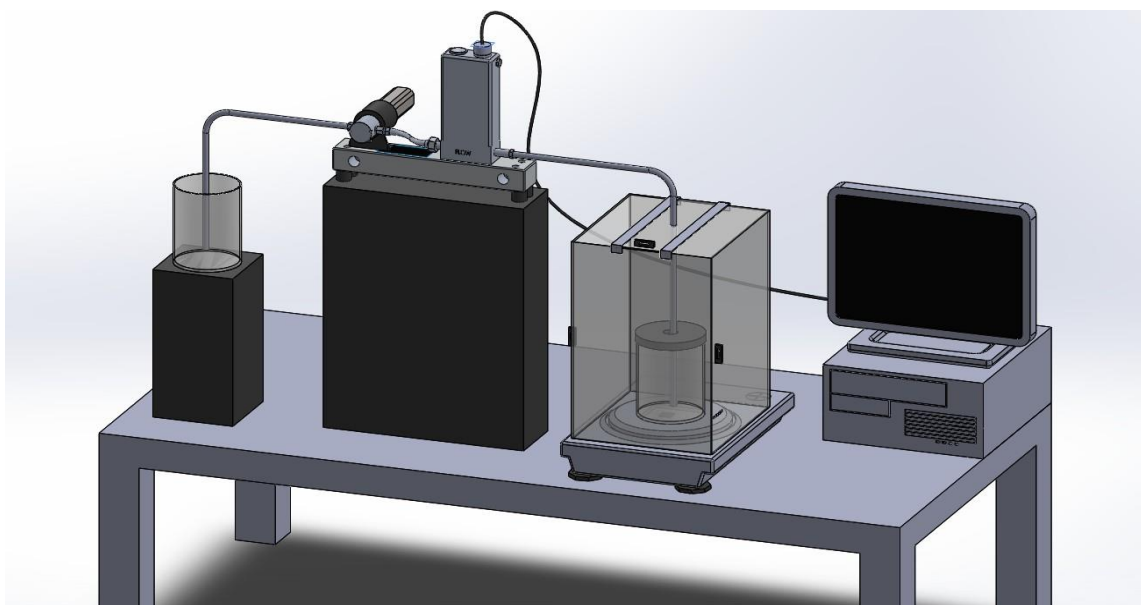


Figura 4.10 - 2ª Montagem Experimental

4.5.3. 3ª Montagem Experimental - Padrão Implementado

Esta última montagem experimental já diz respeito ao padrão secundário validado e que vai ficar implementado no Laboratório de Volume e Caudal do Instituto Português da qualidade para prestação de serviços. Um padrão secundário é um padrão estabelecido por meio de uma validação com a referência de um padrão primário (neste caso, o padrão gravimétrico). O objetivo desta fase foi utilizar o padrão naquilo que vai ser a sua função, ou seja, a calibração de caudalímetros com capacidades máximas até 2000 mL/h.

A montagem é constituída pelo padrão (gerador de caudal e caudalímetro); por um caudalímetro M12 Mini Cori-Flow da Bronkhorst Cori-Tech (instrumento em calibração); e por uma tubagem realizada em dois materiais diferentes, ou seja, aço inoxidável nas extremidades que ligam aos recipientes e teflon na zona de ligação entre o padrão e o caudalímetro em teste. Toda a tubagem é em $\frac{1}{4}$ " (figura 4.11).

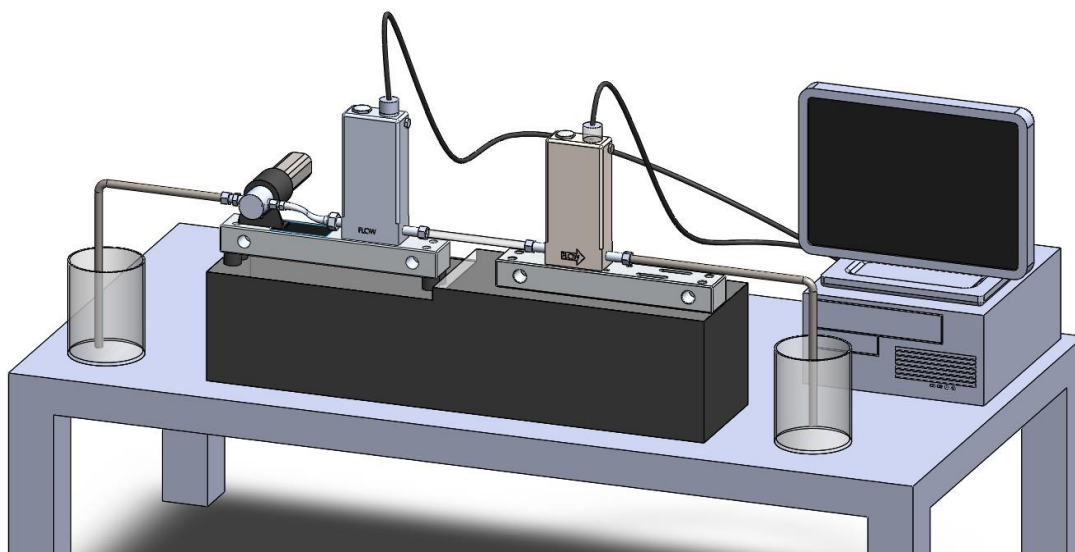


Figura 4.11 - 3ª Montagem Experimental

5. Programas Computacionais

Neste capítulo apresenta-se as principais funcionalidades e um tutorial para um correto funcionamento dos programas utilizados ao longo do projeto. Aborda-se o funcionamento dos programas para monitorização do padrão, bem como para aquisição de dados da balança.

5.1. Software para aquisição de dados da balança - LabView®

Este *software* foi utilizado na primeira montagem experimental e permitiu a aquisição de dados da balança Mettler Toledo XP205 diretamente para o computador, onde foi feito o tratamento de dados. Esta aplicação informática já se encontrava nos computadores do laboratório, e foi desenvolvida em ambiente de programação gráfica LabView®.

A aplicação informática referida apresenta o seguinte aspeto visual.

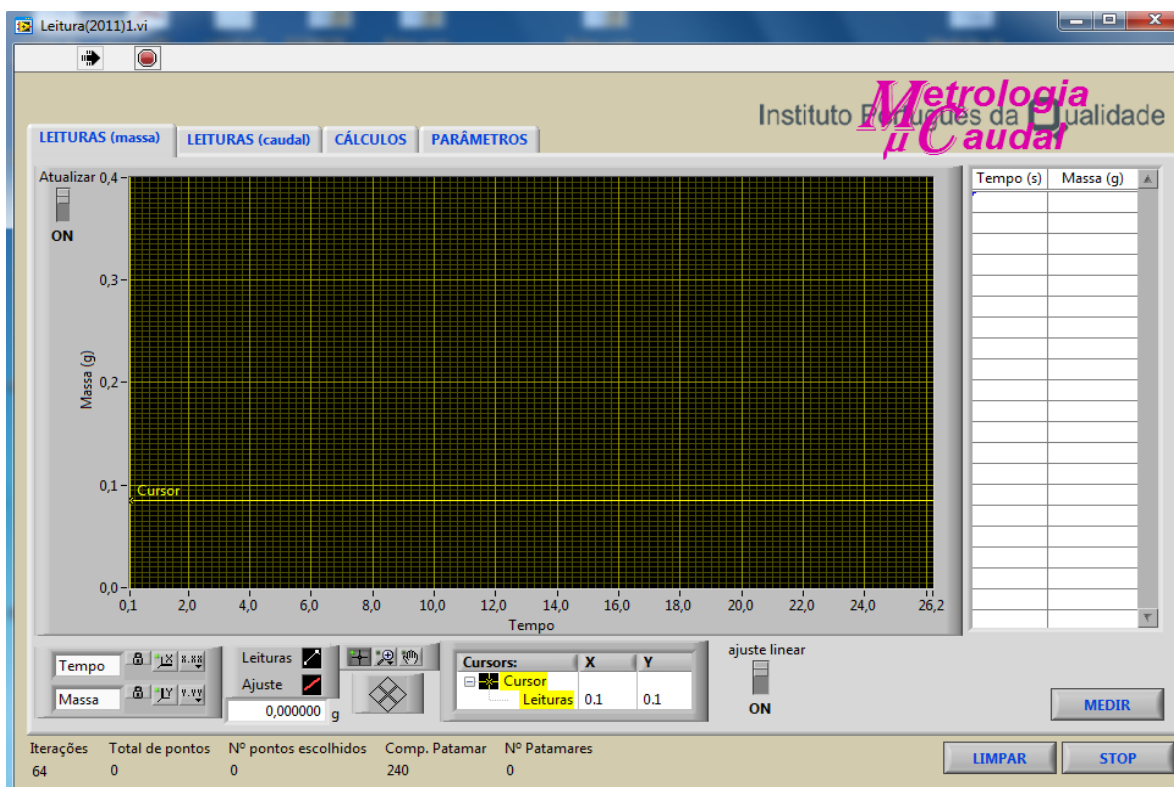


Figura 5.1 – Painel Frontal da aplicação informática que permite a aquisição de dados da balança Mettler Toledo XP205

Legenda dos principais comandos presentes na imagem anterior:

Medir – Permite dar início ao ensaio, bem como terminar o mesmo;

Limpar – Possibilita a limpeza da área gráfica, onde se tem acesso a evolução da massa medida em relação ao tempo;

De seguida apresento outro separador da aplicação informática em questão.

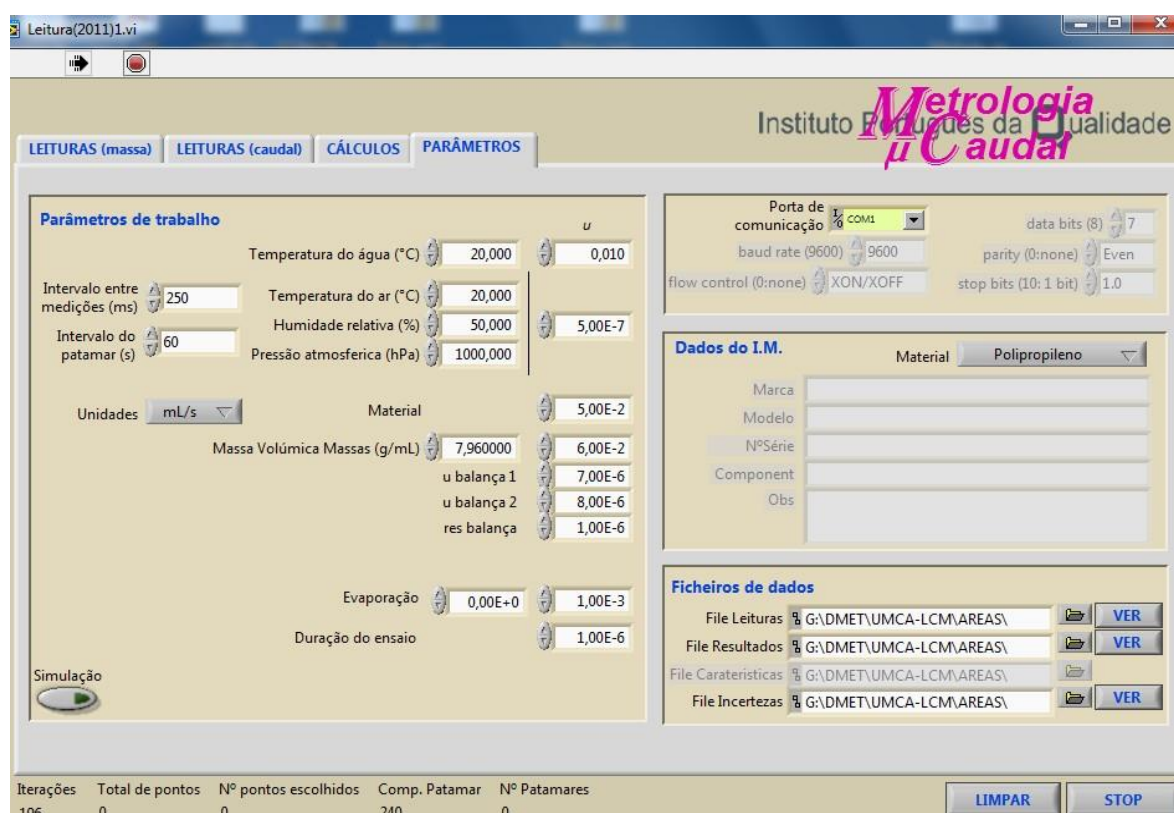


Figura 5.2 - Separador parâmetros da mesma aplicação informática

Neste separador é de salientar as áreas “ Parâmetros de trabalho” e “ Ficheiros de dados”. Na área “Parâmetros de trabalho” registam-se as condições ambientais que se verificaram durante o ensaio, bem como a temperatura do líquido de calibração. Deve-se ainda seleccionar as unidades em que se pretende trabalhar, a velocidade de aquisição de dados (250 ms - intervalo entre medições) e o intervalo de patamar (30 segundos).

Na área “Ficheiros de dados” escolhe-se a diretoria onde se pretende gravar todos os dados adquiridos. Os dados são gravados em 3 ficheiros diferentes:

- File Leituras: registo da massa e do tempo;
- File Resultados: resultados finais obtidos;
- File Incertezas: cálculo das incertezas e os valores de cada um dos parâmetros;

No separador “Cálculos” existe um comando com o nome “Gravar” que possibilita a gravação dos dados adquiridos nos Files referidos anteriormente.

Em suma, esta aplicação permite a aquisição de valores de massa medidos a cada 250 ms, evolução esta que pode ser visualizada no separador “ Leituras (massa) ”. Em paralelo, a aplicação vai calculando valores de caudal a cada 30 segundos, gerando um gráfico que mostra a evolução do caudal com o tempo, gráfico este que pode ser observado no separador “Leituras (caudal) ”. Estes valores de caudal que são gerados a cada 30 segundos de ensaio indicando assim a repetibilidade do ensaio.

5.2. Softwares para controlo e aquisição de dados do padrão (caudalímetro + bomba)

5.2.1. Software FlowDDE

O *Software FlowDDE* foi fornecido pelo fabricante do padrão (caudalímetro + bomba) e permite estabelecer uma plataforma digital entre o *Windows* e o caudalímetro, permitindo a aquisição e o arquivo de dados num diretoria especificada.

De seguida é apresentada uma imagem representativa do programa (figura 6.3).

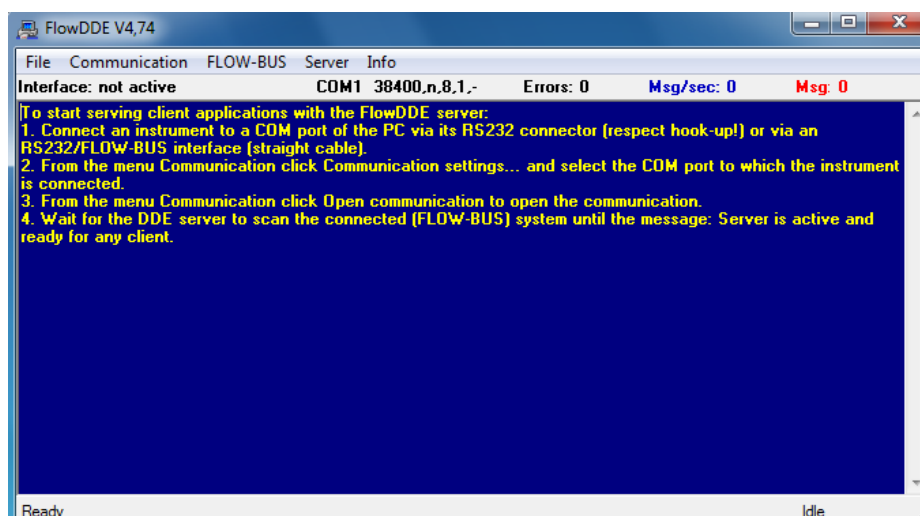


Figura 5.3 - Aspeto inicial do software FlowDDE

Para se estabelecer a conexão entre o *Windows* e o caudalímetro deve-se seguir os seguintes passos:

- Abrir o programa *FlowDDE*;
- Premir o comando *Communication*;
- De seguida o comando, *Open Communication*;
- E esperar que o programa apresente a mensagem que consta na imagem anterior, “*Server is active and ready for any client*”;

Na 3ª montagem experimental existem dois caudalímetros ligados ao computador, o padrão e um caudalímetro em teste. De forma a estabelecer a conexão dos dois caudalímetros ao computador, permitindo assim a aquisição de dados de ambos, deve-se seguir os seguintes passos:

- Abrir um novo *FlowDDE*;
- Premir o comando *Communication* e de seguida, *Communication Settings*;

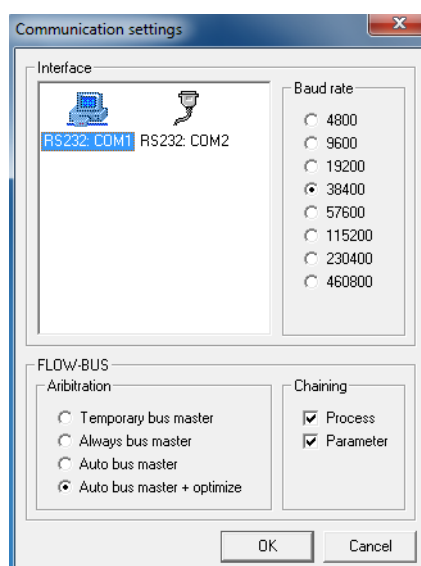


Figura 5.4 - Separador que possibilita a ligação de dois caudalímetros

- Tendo em conta a imagem anterior, deve-se seleccionar RS232:COM2, seguida do comando OK. Assim o caudalímetro padrão fica associado a RS232:COM1 e o caudalímetro em teste fica associado a RS232:COM2;
- Após o passo anterior, deve-se premir o comando *Communication* e de seguida *Open Communication*;
- A ligação estará finalizada quando aparecer a mensagem “*Server is active and ready for any client*”;

Estão ambos os caudalímetros prontos a utilizar quando visualizarmos as seguintes janelas abertas no computador, em que cada uma delas está associada a um caudalímetro (COM1 e COM2).

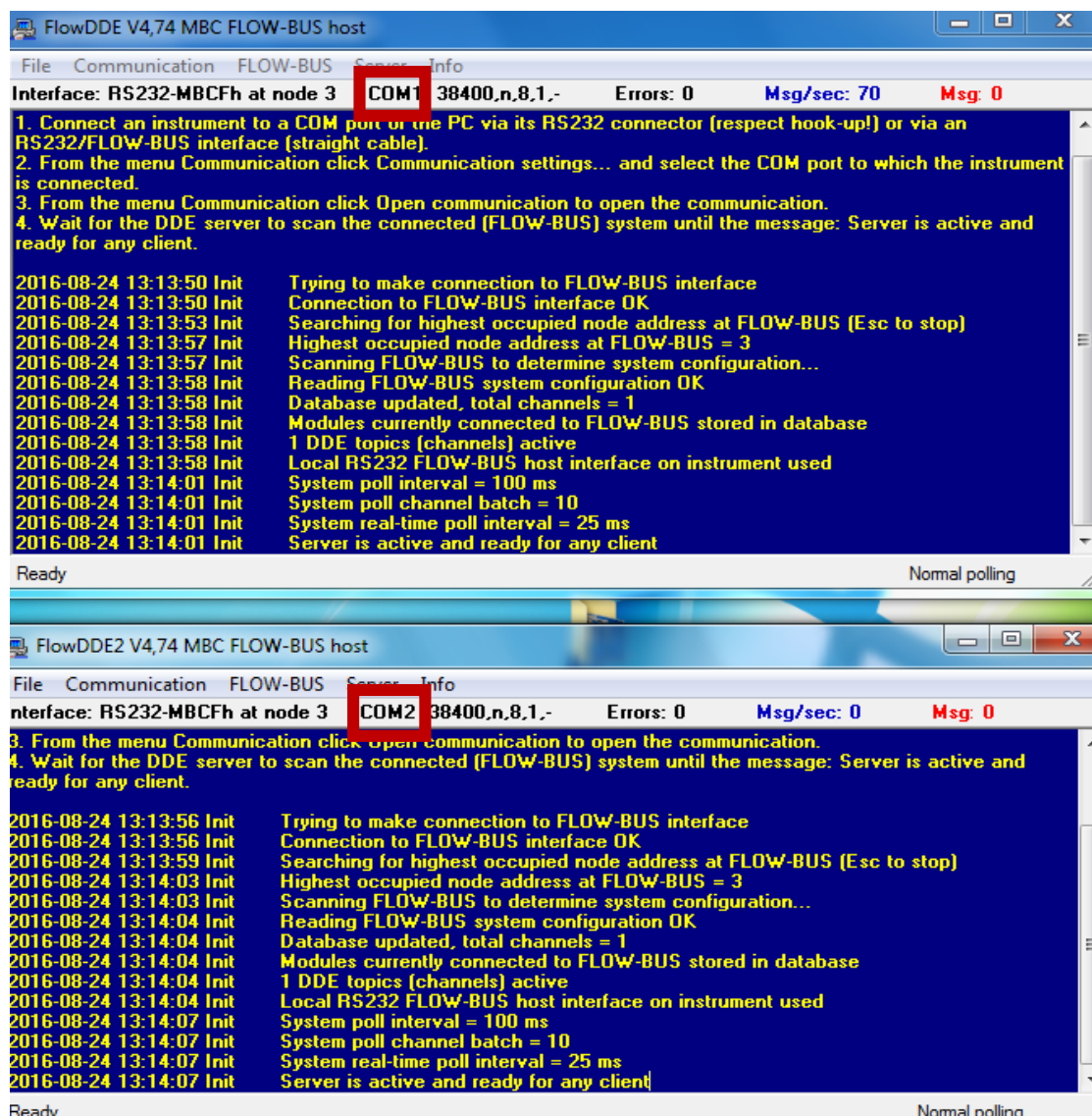


Figura 5.5 - Aspeto dos painéis iniciais com dois caudalímetros ligados

5.2.2. FlowPlot

O programa *FlowPlot* é uma aplicação informática fornecida pela marca dos caudalímetros que possui duas grandes funções: possibilita controlar o caudal a debitar pela bomba e permite iniciar e finalizar o teste.

Ao iniciarmos este programa, apresenta-se de imediato a seguinte janela (figura 5.6)

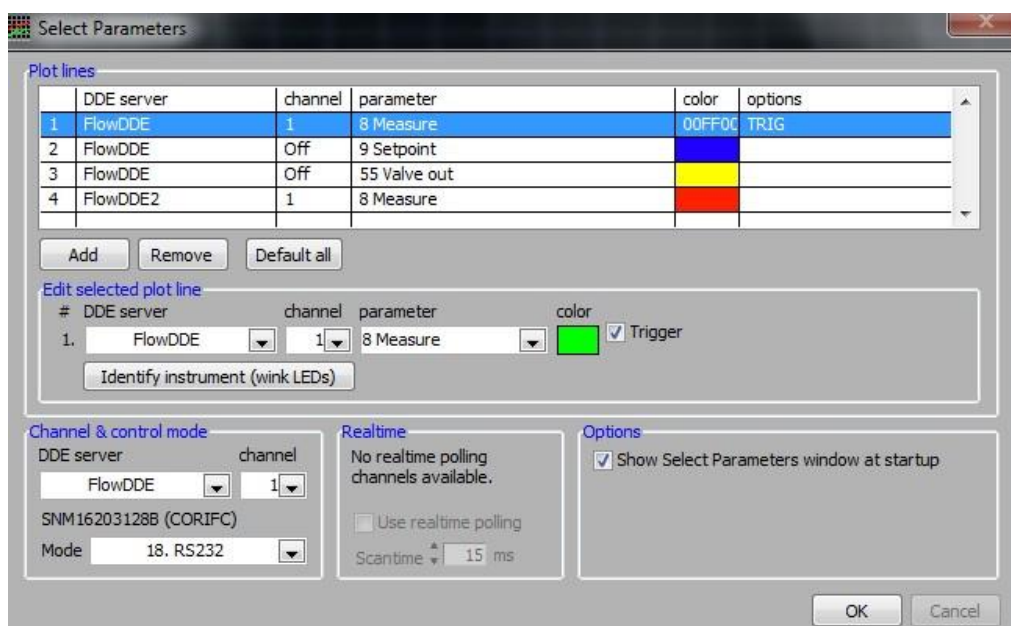


Figura 5.6 - Janela inicial do software *FlowPlot*

A janela anterior permite escolher o tipo de leitura que o programa irá fazer. Neste caso verifica-se que na *Plot Line 1* com a cor verde, vai ser apresentada a leitura de caudal do caudalímetro padrão (FlowDDE 1: COM1) e na *Plot Line 4* com a cor vermelha, vai ser demonstrada a leitura de caudal do caudalímetro em teste. (FlowDDE2: COM2).

Após estes parâmetros estarem especificados prime-se o comando OK, e vai aparecer a janela principal do programa, apresentada de seguida:

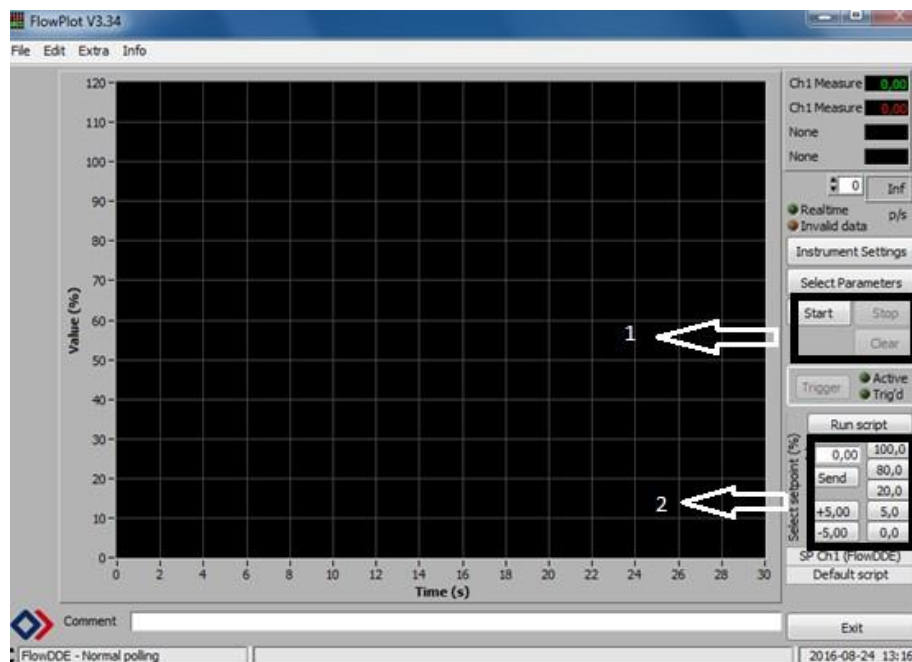


Figura 5.7 - Painel principal do software FlowPlot

Nesta janela apresentada na figura 5.7 é de salientar duas áreas importantes. A área 2 permite o controlo do caudal a debitar pela bomba, alterando o *setpoint*. A bomba possui uma capacidade máxima de débito de caudal de 2000 g/h, logo ao escolher-se um *setpoint* de 50%, por exemplo, a bomba vai debitar um caudal de 1000 g/h.

A área 1 possibilita o início do ensaio, premindo o comando *Start* e o fim do ensaio, premindo o comando *Stop*. O comando *Clear* faz com que a área gráfica seja completamente limpa. De forma a escolher a diretoria onde se pretende fazer o arquivo dos dados adquiridos, deve-se realizar os seguintes passos:

- Premir o comando *Extra*;
- De seguida, prime-se o comando *Options*, aparecendo a seguinte janela;

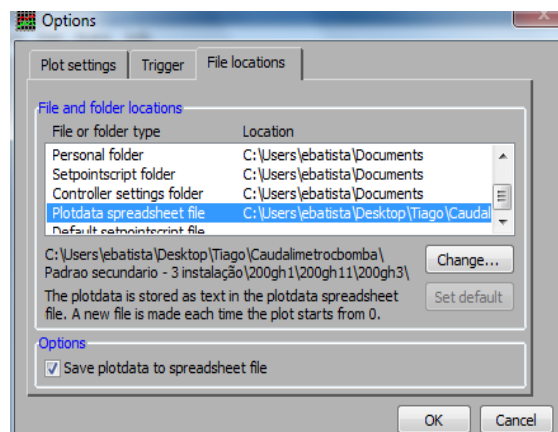


Figura 5.8 - Janela que possibilita a escolha da diretoria para gravação de dados

- Na janela anterior apresentada, selecionado a opção “*File Locations*” e de seguida na opção “*Plotdata spreadsheet file*” torna-se possível escolher a diretoria desejada;

6. Procedimentos Experimentais

Neste capítulo são referidos e descritos todos os procedimentos experimentais de calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos que foram abordados durante a formação em Metrologia, no início do estágio; bem como o procedimento experimental adotado para a validação do padrão desenvolvido e para a sua utilização na calibração de outros instrumentos.

É descrito ainda, o procedimento efetuado no estudo de evaporação e na calibração de balanças.

6.1. Padrões de trabalho e Equipamentos Utilizados em determinação gravimétrica

▪ Massa padrão

As massas padrão utilizadas para a calibração das balanças são da classe de exatidão OIML E2. Estas são sujeitas a calibração anual pelo Laboratório de Massa do IPQ, estando sujeitas aos critérios de aceitação internos do LVC [15].

▪ Balanças

Tabela 6.1 – Especificações das balanças utilizadas nos ensaios experimentais (adaptado de [19][20])

Balança (Marca, Modelo)	Resolução (mg)	Intervalo de medição (g)	Intervalo de medição de caudal (mL/h)
Mettler Toledo XP 205	0,01	0 - 200	20 - 600
Sartorius CCE 2004	0,1	0 - 2000	200 - 2000

▪ Termómetros

Os termómetros utilizados para a medição da temperatura da água e do ar têm uma resolução e uma incerteza de medição igual ou inferior a 0,1 °C. Para a medição da temperatura da água foi utilizado um sensor de temperatura de marca Luft, C100. Para a medição da temperatura do ar foi utilizado sistema Mikromec, Multisens [15].

Todos os termómetros são calibrados pelo Laboratório de Temperatura do IPQ, estando sujeitos aos critérios de aceitação internos do LVC.

- **Barómetro**

O barómetro, DUCK, DPI142, possui uma resolução igual ou superior a 1hPa e deverá apresentar uma incerteza de medição inferior ou igual a 2 hPa. Este é calibrado pelo Laboratório de Pressão do IPQ, estando sujeito aos critérios de aceitação internos do LVC[15].

- **Higrómetro**

O higrómetro Mikromec, Multisens utilizado para a medição da humidade relativa do ar, devendo possuir uma resolução melhor ou igual a 1 %, com uma incerteza de medição igual ou inferior a 5 %. Este deve ser calibrado pelo Laboratório de Temperatura do IPQ, estando sujeito aos critérios de aceitação internos do LVC [15].

- **Recipiente de Pesagem**

O recipiente de pesagem deve possuir uma capacidade de acordo com o caudal em teste e o tempo de ensaio a realizar. Foram utilizados dois recipientes de pesagem, um de maior dimensão utilizado na primeira montagem experimental efetuada e um de maior capacidade utilizado na segunda montagem experimental.

- **Cronómetro**

O cronómetro a utilizar deve ter uma resolução inferior a 1s e deve estar devidamente calibrado.

- **Líquido de calibração**

A água é utilizada como líquido de calibração e é do tipo I sendo produzida através do sistema Direct Q da Millipore. A sua massa volúmica é determinada trimestralmente pelo Laboratório de Propriedades de Líquidos. Deve estar à temperatura ambiente[15].

6.2. Modo operativo

6.2.1. Condições Referência

▪ Condições Ambientais

Antes do início de qualquer teste experimental é necessário verificar as condições ambientais do laboratório (temperatura, pressão, humidade). Essas condições devem estar inseridas no intervalo de valores que se apresentam na tabela.

Tabela 6.2 - Condições ambientais recomendadas (adaptado de[5])

Grandeza	Gama de Valores
Temperatura	$[20 \pm 3]^{\circ}\text{C}$
Pressão	$[920; 1080] \text{ hPa}$
Humidade	$[30; 85]\%$

De referir que a temperatura do líquido de calibração também requer registo. Deve ser medida antes e após o teste experimental, e pretende-se que seja o mais próxima possível da temperatura do instrumento a calibrar.

▪ Estabilização de Temperatura

O instrumento que se encontra a ser testado deve cumprir um período de estabilização térmica de 12 horas no local de teste. Para que seja iniciado o processo de calibração, o líquido de calibração a utilizar e o instrumento a calibrar devem estar à mesma temperatura[15].

▪ Modo Operatório

Sistema em Carga

Antes de se iniciar um ensaio experimental deve-se verificar se a montagem experimental está pronta para a realização do mesmo. Portanto, é necessário retirar todas as bolhas de ar do sistema, colocando-o em carga, ou seja todo o sistema devem estar cheios de água antes do início do ensaio[15].

Limpeza dos Recipientes

Todos os recipientes utilizados durante um ensaio experimental devem estar devidamente limpos com água ou, se necessário com o uso de detergente. Depois da lavagem devem ser devidamente secos, para que se encontrem nas condições de utilização exigidas[15].

Imersão da ponta no recipiente de recolha

Um fator importante para a realização de ensaios experimentais com resultados exatos é a imersão do tubo/cateter/agulha no líquido de calibração do recipiente de recolha. Este aspeto deve ser verificado antes de cada ensaio experimental, colocando uma quantidade de líquido de calibração suficiente para que seja possível imergir o tubo no mesmo e assim não haver perturbações na aquisição de valores de massa por parte da balança.

6.3. Procedimentos Experimentais – Calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos, pelo método gravimétrico

6.3.1. Seringa Perfusora

O modelo de seringa perfusora utilizado é da marca BBraun, modelo Perfusor Space. Este sistema de bomba de seringa de infusão inclui uma bomba de seringa de infusão eletrónica externa e transportável. O sistema é destinado para a infusão de drogas parenterais e enterais, intermitentes ou continuas, em pacientes adultos, pediátricos e recém-nascidos. Permite uma utilização de seringas entre 2 a 60 mL[21].



Tabela 6.3 - Especificações técnicas do equipamento (adaptado de[21])

Gama de Caudal	0,01 – 200 mL/h
Resolução	0,1 mL/h
Precisão	± 2%

Figura 6.1 - Perfusor Space da marca BBraun

Padrões e Equipamentos utilizados

- Balança *Mettler Toledo* XP205;
- Termómetro, higrómetro e barómetro;
- Líquido de calibração;
- Recipiente de pesagem do líquido de calibração;

Montagem Experimental

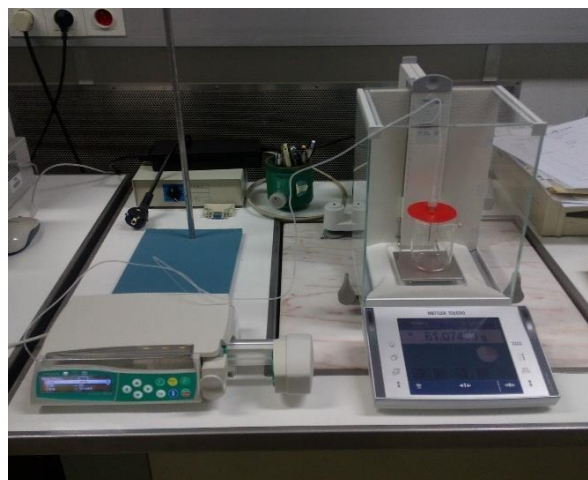


Figura 6.2 - Montagem experimental para calibração da Perfusor Space

Procedimento Experimental[22]

- 1) Iniciar o *software Metrologia μ Caudal* e escolher a balança a utilizar;
- 2) Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiro TXT (parâmetros, ficheiros de dados);
- 3) Verificar as condições ambientais (Temperatura, Humidade e Pressão) e registar nos respetivos campos do *software* de aquisição de dados;
- 4) Medir a temperatura do líquido de calibração da seringa e registá-la no *software* de aquisição de dados;
- 5) Encher a seringa manualmente na sua totalidade;
- 6) Instalar a seringa no equipamento segundo as instruções do fabricante;
- 7) Realizar a purga escolhendo um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede, premir o botão START/STOP no equipamento e manter até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem.
- 8) Escolher o caudal/volume a debitar durante o ensaio;
- 9) Inserir o cateter/agulha, dentro do recipiente de recolha, de forma a ficar imerso;
- 10) Iniciar o processo de medição, clicando no botão MEDIR do *software* de aquisição de dados, simultaneamente, no botão START/STOP da seringa perfusora;
- 11) Quando terminar o processo de doseamento, premir o botão START/STOP na seringa e o botão MEDIR no *software*;
- 12) Registar a temperatura do líquido de calibração no final do ensaio;
- 13) Gravar os dados recolhidos, clicando no botão GUARDAR;

- 14) Preencher a folha de cálculo “Medição de caudal” utilizando os dados recolhidos na aplicação *LabView*;

6.3.2. Bomba Peristáltica

A bomba peristáltica utilizada é da marca BBraun, modelo Infusomat Space. Este sistema é destinado para a utilização em pacientes adultos, pediátricos e recém-nascidos para administração intermitente ou contínua de fluidos parenterais ou enterais, é aparelho usualmente utilizado para a administração de soro. [23]



Tabela 6.4 - Especificações técnicas do equipamento (adaptado de[23])

Gama de Caudal	1,6 $\mu\text{L}/\text{min}$ – 20 mL/min
Resolução	0,1 mL/h
Precisão	$\pm 5\%$

Figura 6.3 - Infusomat Space da marca BBraun

Padrões e Equipamentos utilizados

- Balança *Mettler Toledo* XP205;
- Termómetro, higrómetro e barómetro;
- Líquido de calibração;
- Recipiente de pesagem do líquido de calibração;

Montagem Experimental



Figura 6.4 - Montagem Experimental para calibração da Infusomat Space

Procedimento Experimental [22]

- 1) Iniciar o *software* “Metrologia μ Caudal.vi” e escolher a balança a utilizar;
- 2) Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiros TXT (parâmetros, ficheiros de dados);
- 3) Verificar as condições ambientais (Temperatura, Humidade e Pressão) e registar nos respetivos campos de *software* de aquisição de dados;
- 4) Encher o saco de soro com o líquido de calibração a utilizar;
- 5) Encher o cilindro da linha de perfusão em dois terços da sua capacidade e de seguida proceder ao enchimento total da linha, se aplicável;
- 6) Medir a temperatura do líquido de calibração de alimentação da bomba peristáltica e registá-la no *software* de aquisição de dados;
- 7) Realizar a purga escolhendo um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede, premir o botão “START/STOP” no equipamento e decorrer até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem;
- 8) Escolher o caudal a testar durante o ensaio;
- 9) Inserir cateter/agulha, dentro do recipiente de recolha, de forma a ficar imerso;
- 10) Iniciar o processo de medição, clicando no botão Medir do *software* de aquisição de dados e, simultaneamente no botão START/STOP da bomba peristáltica;

- 11) Quando terminar o processo de doseamento, premir o botão START/STOP na bomba peristáltica e o botão MEDIR no *software*;
- 12) Registar a temperatura do líquido no final do ensaio;
- 13) Gravar os dados recolhidos, clicando no botão GUARDAR;
- 14) Preencher a folha de cálculo “ Medição de caudal” utilizando os dados recolhidos na aplicação *LabView*.

6.3.3. Caudalímetro de Coriolis

Este caudalímetro de Coriolis, que foi o mesmo que se utilizou na última montagem experimental para ser verificado pelo padrão implementado, foi calibrado através do método gravimétrico na formação prática inicial em Metrologia.

O caudalímetro de Coriolis é um dispositivo que mede caudal de um fluido que passa através de um tubo, por unidade de tempo. Estes dispositivos podem ser caudalímetros mássicos, ou seja, medem quantidade de massa por unidade de tempo, ou então podem ser caudalímetros volumétricos, ou seja, medem volume de fluido escoado por unidade de tempo.



Figura 6.5 - Caudalímetro de Coriolis

Tabela 6.5 - Especificações técnicas do equipamento

Gama de Caudal	<200 g/h
Resolução	0,02 g/h

Padrões e Equipamentos Utilizados

- Bomba doseadora de líquidos Nexus 3000 (fonte geradora de caudal);
- Seringas para aplicar na Nexus 3000;
- Balança *Mettler Toledo* XP205;
- Termómetro, higrómetro e barómetro;
- Líquido de calibração;
- Válvula de direcionamento de fluido;
- Recipiente de purga;
- Recipiente de pesagem.

Montagem Experimental



Figura 6.6 – Montagem experimental para calibração do caudalímetro pelo método gravimétrico

Procedimento Experimental [8]

- 1) Escolher a balança a utilizar e iniciar o *Software* “Metrologia μ Caudal.vi”;
- 2) Selecionar a pasta de gravação dos ensaios em ficheiros TXT (parâmetros, ficheiros de dados);
- 3) Ligar o caudalímetro, iniciar o *software* “FlowDDE”;
- 4) Verificar as condições ambientais (temperatura, humidade relativa e pressão) e registar os valores nos respetivos campos da folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
- 5) Escolher a seringa a utilizar de acordo com o caudal a calibrar sendo que preferencialmente deverão ser utilizadas seringas de vidro;
- 6) Medir a temperatura do líquido de alimentação da seringa e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro caudal”;
- 7) Encher a seringa manualmente, evitando a presença de bolhas no interior da mesma;
- 8) Colocar a seringa na Nexus 3000, e na mesma introduzir o diâmetro interno da seringa;
- 9) Colocar a válvula na posição de purga e clicar F3 até a saída de líquido no recipiente de purga;
- 10) Colocar a válvula na posição balança;
- 11) Iniciar o *software* *FlowPlot* do caudalímetro;
- 12) Escolher o caudal a debitar e a duração do ensaio e selecionar o modo “*infusion*”;

- 13) Depois de se garantir que toda a tubagem está em carga e que a ponta do tubo dentro do recipiente de recolha se encontra imersa, pode ser iniciado o processo de medição clicando no Botão “Medir” do *software* de aquisição de dados, no botão “Start” do *software* do caudalímetro e simultaneamente no botão “Start” da seringa Nexus 3000;
- 14) Quando terminar o processo de infusão, a medição deve ser terminada simultaneamente, premindo o botão “Stop” no equipamento, o botão “Medir” na aquisição de dados da balança e no *software* do caudalímetro “Stop”;
- 15) Registrar a temperatura do líquido no final do ensaio e registá-la na folha de cálculo “Medição de micro-caudal”;
- 16) Gravar os dados recolhidos clicando no botão “Guardar”;
- 17) Preencher a folha de cálculo “Medição de micro caudal” usando os dados recolhidos na aplicação “LabView”;

6.4. Procedimentos Experimentais no âmbito da Implementação do Padrão

6.4.1. Estudo de Evaporação

Durante a realização de todos os ensaios efetuados ao longo deste estágio, quer na formação inicial em metrologia com a calibração de instrumentos doseadores de fluidos, quer nos testes experimentais efetuados na validação do padrão desenvolvido foi sempre tido em conta a evaporação do líquido de calibração ao longo do ensaio. A todos os ensaios realizados foi feita uma correção ao valor final com base numa estimativa de volume evaporado durante um intervalo de tempo.

A evaporação ao longo de um ensaio depende essencialmente da balança onde se encontra o recipiente de pesagem do líquido de calibração e do próprio recipiente de pesagem.

Os valores das correções a efetuar devido as perdas por evaporação, nas balanças existentes no LVC (Mettler Toledo XP205), já eram conhecidos, portanto foi realizado o estudo de evaporação em relação à nova balança (Sartorius CCE2004) e ao recipiente de pesagem 2 (recipiente de maior capacidade) utilizado nos ensaios realizados ao novo padrão desenvolvido.

Padrões e Equipamentos Utilizados

- Balança Sartorius CCE2004;
- Termómetro, higrómetro e barómetro;
- Cronómetro;
- Líquido de calibração;
- Recipiente de pesagem do líquido de calibração.

Procedimento Experimental

- 1) Verificar e registar as condições ambientais (temperatura do ar, humidade relativa e pressão relativa);
- 2) Encher o recipiente de recolha com um determinado 400mL de líquido de calibração;
- 3) Verificar e registar a temperatura do líquido de calibração;
- 4) Colocar o recipiente de recolha no interior da balança e registar o valor da massa inicial;
- 5) Iniciar o cronómetro e ir registando sucessivas medições de massa, após intervalos de tempo, nomeadamente, aos 15 min, 30 min, 60 min, 120 min e 21h de ensaio;
- 6) Após findar o tempo total estipulado, registar o valor de massa final;
- 7) Converter a massa em volume através da fórmula do método gravimétrico.

6.4.2. Validação do Padrão Desenvolvido - 1ª Montagem Experimental

Padrões e Equipamentos Utilizados

- Caudalímetro padrão e respetiva bomba;
- Balança *Mettler Toledo* XP 205;
- Termómetro, Higrómetro e Barómetro;
- Líquido de calibração (água);
- Recipiente de recolha (menor dimensão);

O procedimento experimental adotado para a realização dos testes que dizem respeito a 1ª montagem experimental, ou seja, para validação parcial do padrão foi o seguinte:

- 1) Ligar o caudalímetro à corrente elétrica;
- 2) Iniciar *software FlowDDE*, e pressionar em “ *Open Communication*”, esperando que o caudalímetro esteja pronto a funcionar;
- 3) Iniciar o *software FlowPlot*, verificando o local onde é pretendido guardar os dados e se a porta de comunicação com o computador é a RS232;
- 4) Iniciar o *software* de aquisição de dados da balança, definindo todos os valores referentes as condições ambientais e os locais onde se pretende guardar os dados adquiridos;

- 5) Colocar a bomba a debitar um caudal na ordem de 1500 g/h durante 5 min, alterando o *setpoint* para 75%, para que seja colocada toda a tubagem em carga e sejam retiradas todas as bolhas da mesma;
- 6) De acordo com o caudal que se pretende testar, ir baixando de 1500 g/h de forma gradual, até ao caudal pretendido. Já com o caudal pretendido, manter o sistema em funcionamento durante 5 minutos, antes do início da realização do teste;
- 7) Após os 5 minutos referidos anteriormente, estando o caudal pretendido completamente estável, iniciar o processo de aquisição de dados que deve demorar aproximadamente 15 minutos. No *software* da balança premindo Medir, e no *FlowPlot* premindo Start simultaneamente.
- 8) Terminar a aquisição de dados simultaneamente, em ambos os programas;
- 9) Após o fim do teste, gravar os dados e realizar o tratamento dos mesmos.

6.4.3. Validação do padrão desenvolvido – 2ª Montagem Experimental

Padrões e Equipamentos Utilizados

- Caudalímetro padrão e respetiva bomba;
- Balança *Sartorius CCE 2004*;
- Termómetro, Higrómetro e Barómetro;
- Líquido de calibração (água);
- Recipiente de recolha (maior dimensão).

O procedimento experimental que serviu de base para a realização dos testes que dizem respeito a 2ª montagem experimental, ou seja, para validação total do padrão foi o seguinte

- 1) Ligar o caudalímetro à corrente elétrica;
- 2) Iniciar *software FlowDDE*, e pressionar em “ *Open Communication*”, esperando que o caudalímetro esteja pronto a funcionar;
- 3) Iniciar o *software FlowPlot*, verificando o local onde é pretendido guardar os dados e se a porta de comunicação com o computador é a RS232;
- 4) Abrir o documento Excel, onde vão ser registados os valores adquiridos, preenchendo a folha com toda a informação necessária, nomeadamente, as condições ambientais verificadas durante o ensaio, bem como a temperatura do líquido de calibração;

- 5) Colocar a bomba a debitar um caudal na ordem de 1500 g/h durante 5 min, alterando o *setpoint* para 75%, para que seja colocada toda a tubagem em carga e sejam retiradas todas as bolhas da mesma;
- 6) De acordo com o caudal que se pretende testar, ir baixando ou subindo de 1500 g/h de forma gradual, até ao caudal pretendido. Já com o caudal pretendido, manter o sistema em funcionamento durante 5 minutos, antes do início da realização do teste;
- 7) Após os 5 minutos referidos anteriormente, estando o caudal pretendido completamente estável, iniciar o processo de aquisição de dados que deve demorar aproximadamente 15 minutos. Iniciar o teste no software FlowPlot premindo o comando *Start*, ao mesmo tempo que se realiza o registo manual do valor de massa medido pela balança. Após o tempo de ensaio ter findado, terminar o teste no *software* premindo o comando *Stop*, e realizar neste preciso momento o registo manual de valor de massa medido pela balança.
- 8) Para terminar, verificar a temperatura final do líquido de calibração e realizar o tratamento de dados.

6.4.4. Calibração de um caudalímetro, recorrendo ao uso do padrão secundário desenvolvido – 3ª Montagem Experimental

A calibração deste caudalímetro já tinha sido abordada no subcapítulo 6.3.3. Neste subcapítulo apresenta-se outro tipo de calibração que apresenta duas grandes diferenças.

Primeiro, esta calibração não tem como base a utilização do método gravimétrico, que era um dos objetivos do padrão secundário desenvolvido. Acrescentar ainda que, nesta calibração a fonte geradora de caudal é uma bomba acoplada ao caudalímetro, algo que facilita a geração de caudal, em paralelo na primeira calibração referida, a geração de caudal tinha de ser feita através da seringa Nexus 3000.



Figura 6.7- Caudalímetro em calibração através do padrão desenvolvido

Tabela 6.6 - Especificações técnicas do equipamento

Gama de Caudal	<200 g/h
Resolução	0,02 g/h

Padrões e Equipamentos Utilizados

- Caudalímetro padrão com bomba acoplada – M13 Cori-Flow da Bronkhorst Cori-Tech;
- Caudalímetro em teste - M12 Cori-Flow da Bronkhorst Cori-Tech;
- Termómetro, Higrómetro e Barómetro;
- Líquido de calibração (água);
- Recipientes de fornecimento e recolha de líquido de calibração.

Procedimento Experimental

- 1) Ligar ambos os caudalímetros à corrente elétrica;
- 2) Iniciar *software FlowDDE* e pressionar em “ *Open Communication*”, esperando que o caudalímetro esteja pronto a funcionar. Repetir o processo em ambos os caudalímetros;
- 3) Iniciar o *software FlowPlot*, verificando o local onde é pretendido guardar os dados e se a porta de comunicação com o computador é a RS232;
- 4) Registrar a temperatura inicial do líquido de calibração;
- 5) Colocar a bomba a debitar o caudal pretendido para o teste durante cerca de 10 min, de forma a eliminar todas as bolhas existentes na tubagem e permitir com que o caudal estabilize completamente;
- 6) Após a estabilização completa do caudal, iniciar a aquisição de dados de ambos os caudalímetros, premindo o comando *Start*. O ensaio possui uma duração de 15 minutos;
- 7) Após terem decorrido os 15 minutos de ensaio, deve-se terminar o ensaio recorrendo ao comando *Stop*;
- 8) Por fim, regista-se a temperatura final do líquido de calibração e faz-se o tratamento dos dados adquiridos;

Nota: O conjunto, caudalímetro padrão e bomba acoplada, vem de fábrica com uma especificação que introduziu algumas dificuldades nos ensaios realizados nesta fase. Este conjunto vem preparado para trabalhar com uma pressão de saída de valor zero, pelo que, ao colocarmos o caudalímetro em teste a seguir ao sistema padrão, a bomba depara-se com inúmeras dificuldades em fazer escoar o caudal ao longo da totalidade do seu percurso.

Posto isto, antes da realização de qualquer ensaio, deve-se, através de uma seringa injetar uma determinada quantidade de água suficiente, de forma a purgar e a retirar possíveis bolhas de ar do caudalímetro em teste, para que ao ser ligado em série ao sistema padrão, a bomba tenha menos dificuldades em estabelecer o caudal pretendido.

6.4.5. Calibração da Balança Sartorius CCE2004

Esta balança foi utilizada como padrão de trabalho no projeto desenvolvido, como tal, foi calibrada com recurso a massas padrão calibradas pelo Laboratório de Massa do Instituto Português da Qualidade.

Neste subcapítulo é descrito o procedimento praticado para a calibração da balança utilizada no desenvolvimento do projeto.

Padrões e Equipamentos Utilizados

O procedimento experimental para a calibração de balanças requer a utilização dos seguintes equipamentos:

- Massas Padrão;
- Termómetro;
- Higrómetro.

Modo Operatório

Manuseamento das Massas Padrão

Ao manusear-se as massas padrão, o operador deve fazê-lo com uma pinça para que evite qualquer tipo de contaminação ou de variação da temperatura, reduzindo assim a possível introdução de erros no resultado das calibrações. Quando as massas padrão possuem dimensões mais elevadas o operador deve usar umas luvas de algodão limpas, ou então, efetuar o manuseamento com recurso a um empilhador [24].

Pesagem

Ao realizar-se as pesagens, a balança deve ser utilizada de acordo com as instruções do fabricante e tendo em conta alguns fatores que influenciam as pesagens, tais como: [24]

A balança deve estar instalada no local onde se vão realizar os ensaios de calibração, numa bancada anti vibratória;

- i. Não deve estar sob influência de correntes de ar;
- ii. Não deve estar exposta a luz solar direta;
- iii. De forma a promover a estabilidade térmica, a balança deve estar ligada pelo período recomendado pelo fabricante (60 minutos no mínimo);

- iv. A balança deve estar devidamente nivelada;
- v. Se o prato estiver dentro de uma câmara de pesagem, deve-se abrir apenas um dos lados da câmara, o necessário para colocar a massa no centro do prato de pesagem. Aquando da pesagem, a câmara deve estar totalmente fechada;
- vi. Caso a balança se encontre sem utilização por períodos de tempo superiores a 30 minutos, de forma a ativar a balança e antes de iniciar qualquer medição, deve-se colocar no prato de pesagem uma massa de valor próximo do alcance máximo. Este procedimento deve ser repetido 2 ou 3 vezes;
- vii. A leitura da indicação das pesagens deve ser efetuada com um período de estabilização constante de pesagem da massa no prato da balança, por exemplo 20 segundos, fim dos quais deve ser anotado o valor apresentado na balança. Se o valor da medição efetuada oscilar entre dois valores, deve-se considerar a média desses mesmos valores;
- viii. Colocar sempre as massas no centro do prato de pesagem;

Importar referir que, caso a balança seja deslocada para outro local será necessária sempre uma nova calibração, no novo local de permanência da mesma.

Condições Ambientais

As condições ambientais são variáveis muito importantes para que se garanta um funcionamento correto, dentro das especificações técnicas da balança. Para tal, deve-se garantir que o local de utilização da mesma possua condições ambientais que estejam dentro das indicadas pelo fabricante:

$$600 \text{ hPa} \leq \text{Pressão} \leq 1100 \text{ hPa}$$
$$20 \% \leq \text{Humidade Relativa} \leq 80 \%$$
$$15 \text{ }^{\circ}\text{C} \leq \text{Temperatura} \leq 27 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

Quando se pretende pesagens com elevada exatidão, a estabilização da temperatura é um fator fundamental, uma vez que é necessário que as massas padrão se encontrem à temperatura ambiente, do local onde se vai efetuar a pesagem. Portanto, de forma a garantir a estabilização da temperatura referida, deve-se colocar as massas padrão e a balança a calibrar na sala onde vai ser realizada a calibração, com temperatura controlada [24].

Condições Gerais

A balança e as massas padrão utilizadas na calibração devem-se encontrar limpos de forma a não influenciar os resultados da calibração. Caso a balança a calibrar não esteja devidamente limpa, esta, deve-se limpar de acordo com as instruções fornecidas pelo fabricante.

O conjunto de massas padrão a utilizar na calibração deve ser inspecionado antes da sua utilização, no sentido de auferir se possuem pó ou alguma partícula estranha, caso se verifique, estas devem ser removidas com pincel, borrifador de ar, pano de algodão, fornecido na caixa das massas padrão com o máximo cuidado para que não ocorram alterações das propriedades da superfície da massa.

Procedimento Experimental da Calibração

- **Ensaios Prévios**

1. Verificar o nivelamento e o estado de limpeza da balança tendo em conta as instruções do fabricante;
2. Realizar um ensaio inicial (pelo menos 3 pesagens) com uma massa padrão de valor igual ao alcance máximo da balança;
3. Efetuar ajuste interno à balança de acordo com o indicado nas instruções do fabricante;
4. Escolher pelo menos 5 valores de massa, que estejam distribuídos ao longo do intervalo de medição da balança a calibrar. De salientar que, a sequência de calibração da balança realiza-se da massa com maior valor para a massa de menor valor;

- **Ensaios de Excentricidade**

1. Efetuar uma medição em 5 diferentes posições do prato da balança, como ilustrado na figura seguinte, com uma massa igual ou superior a $\frac{1}{3}$ do alcance máximo da balança;
2. Antes do teste, deve-se colocar o valor de indicação da balança a zero;
3. A massa deve ser colocada inicialmente na posição 1 e posteriormente, de forma aleatória, percorrer todas as outras posições identificadas;
4. No fim, deve ser efetuada uma nova medição na posição inicial, sendo o valor final a média aritmética das duas leituras na posição 1;

5. Após as medições é determinada a incerteza padrão da excentricidade para cada valor de massa indicado.

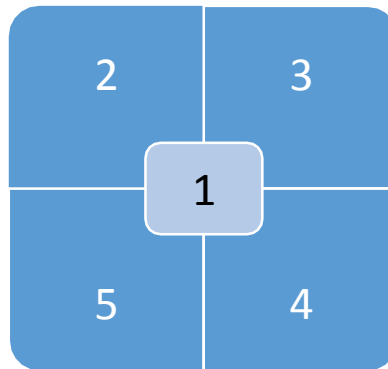


Figura 6.8 - Posições de uma massa padrão durante um ensaio de excentricidade numa balança com prato quadrangular

- **Ensaaios de Repetibilidade**

1. Devem ser realizados no mínimo 5 ensaios para cada valor de massa selecionado, sendo que a balança deve estar sempre com o valor de indicação a zero;
2. A temperatura no início e no fim dos ensaios deve ser anotada;
3. Após as medições é determinado o erro de indicação, ou seja, a média entre o valor indicado pela balança e a incerteza da repetibilidade para cada valor de massa selecionado;

7. Análise de Resultados

Este capítulo é dedicado à apresentação e discussão dos resultados obtidos nas diferentes fases do projeto, fazendo uma avaliação do erro e incerteza obtidas.

Todo o tratamento dos dados apresentados ao longo deste capítulo, que foram recolhidos pelo método gravimétrico, foi realizado na folha de cálculo “ Medição caudal de doseadores de líquidos” que apresenta o seguinte aspeto.

Cálculo de Incertezas

Componentes de incerteza	Estimação	$u(x_i)$	c_i	$(c_i \cdot u(x_i))^2$	Distribuição	Avaliação	$n.g.I$	$(c_i \cdot u(x_i))^2 / n.g.I$
Massa final (g)	1,38E+02	1,86E-04	1,20E-03	4,9584E-14	Normal	B	50000	4,92E-32
Massa volumica da água (g/ml)	0,998400	5,73E-04	-2,24E-02	1,6527E-10	Normal	B	50	5,46E-22
Massa volumica do ar (g/ml)	0,001210	2,89E-06	1,96E-02	3,214E-15	Retangular	B	50000	2,07E-34
Massa volumica dos pesos da	8,00	2,50E-03	4,23E-07	1,1183E-18	Normal	B	50	2,50E-38
Temperatura (°C)	1,91E+01	1,39E-01	-5,37E-06	5,5498E-13	Normal	B	50	6,16E-27
Coefficiente de expansão (/°C)	2,40E-04	6,93E-06	2,12E-02	2,1673E-14	Retangular	B	50000	9,39E-33
Massa Inicial (g)	1,19E+02	2,62E-04	-1,20E-03	9,8799E-14	Normal	B	50000	1,95E-31
Evaporação (ml/s)	4,42E-06	1,43E-07	1,00E+00	2,04E-14	Retangular	B	50000	8,32E-33
Tempo inicial(s)	2,50E-01	7,00E-04	2,68E-05	3,5105E-16	Normal	B	50	2,46E-33
Tempo final (s)	8,36E+02	7,00E-04	-2,68E-05	3,5105E-16	Normal	B	50	2,46E-33
Impulsão (g)	0,0682	0,000425616	1,20E-03	2,6078E-13	Normal	B	50000	1,36E-30
Repetibilidade (ml/s)	7,3991E-05	1,54282E-05	1,00E+00	2,3803E-10	Normal	A	22	2,58E-21
Caudal (ml/s)	0,022377109	2,24E-02						
Caudal (ml/h)	80,5576							
U_{comb} (ml/s)	2,01074E-05							
Graus de liberdade	52,36508976							
k	2,01							
U_{exp} (ml/s)	4,03485E-05							
U_{exp} (ml/h)	0,1453							
$E_{comb}(\%)$	0,003							
$E_{exp}(\%)$	0,18							

Dados complementares	Valor
m	18,6465
A	1,00282
B	0,99985
C	1,00023
D_{tube} (cm)	0,32
D_{tank} (cm)	5,3
Tagua inicial(°C)	19,01
Tagua final (°C)	19,25
Média Tagua	19,05

Figura 7.1 - Imagem capturada do ficheiro Excel "Medição de caudal de doseadores de líquidos"

7.1. Seringa Perfusora – BBraun Perfusor Space

Na tabela a seguir são exibidos alguns resultados de ensaios de repetibilidade realizados à seringa perfusora, utilizando uma seringa de plástico de 10 mL de capacidade da marca BBraun, em que o caudal nominal testado foi de 5 mL/h.

Tabela 7.1 - Resultados da Perfusor Space para um caudal de 5 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor médio caudal volúmico (mL/h)	Desvio Padrão (mL/h)	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)	Erro de medição (%)
5	4,99	0,07	0,01	0,61	-0,25
5	4,93	0,06	0,01	0,50	-1,34
5	4,94	0,06	0,02	0,72	-1,29

Como se pode observar na tabela anterior, a seringa perfusora apresentou resultados com ligeiras variações entre os caudais medidos e os respetivos caudais nominais, sendo que se verificou um maior desvio no primeiro ensaio, sendo portanto, indicador de uma boa estabilidade do instrumento em questão. No que diz respeito às incertezas expandidas dos respetivos ensaios, verifica-se que também estas possuem pequenas variações. Em suma, pode-se afirmar que os resultados evidenciados possuem uma repetibilidade aceitável, visto que se encontram dentro da incerteza mutua.

Na análise ao erro de medição do instrumento, este é aceitável e encontra-se dentro da precisão indicada pelo fabricante que é $\pm 2\%$.

7.2. Bomba Peristáltica – BBraun Infusomat Space

Na tabela seguinte encontram-se expostos os resultados de ensaios de repetibilidade efetuados à bomba peristáltica da marca BBraun, tendo o caudal nominal um valor de 80 mL/h.

Todo o tratamento dos dados adquiridos nestes ensaios foi realizado na folha de cálculo “Medição caudal de doseadores de líquidos”.

Tabela 7.2 - Resultados da Infusomat Space para um caudal de 80 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor médio caudal volúmico (mL/h)	Desvio Padrão (mL/h)	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)	Erro de medição (%)
80	80,56	0,27	0,07	0,18	0,70
80	80,58	0,25	0,07	0,17	0,73
80	80,48	0,24	0,07	0,17	0,60

Com a análise da tabela anterior, pode-se verificar que nos 3 ensaios realizados, o sistema apresenta uma diferença entre o valor de caudal registado e o valor de caudal nominal muito baixa e muito semelhante em todos os ensaios. Avaliando a incerteza expandida dos ensaios, esta é bastante reduzida e semelhante em todos eles. Tendo em conta o referido anteriormente, pode-se afirmar que os resultados possuem uma boa reprodutibilidade.

Por fim, avaliando o erro de leitura do instrumento, este situa-se na gama de 0,7 %, o que é bastante bom, uma vez que fica dentro da precisão, $\pm 5\%$, indicada pelo fabricante.

7.3. Caudalímetro de Coriolis

Na tabela seguinte apresentam-se os resultados dos ensaios realizados ao caudalímetro de Coriolis. Estes ensaios testaram um caudal nominal de 60 mL/h e foram realizados em alturas distintas, de forma a avaliar a reprodutibilidade dos resultados.

Todo o tratamento dos dados adquiridos nestes ensaios foi realizado na folha de cálculo “Medição de micro caudal”.

O erro de medição foi realizado tendo em conta a seguinte equação.

$$\text{Erro Caudalímetro (\%)} = \frac{\text{Valor Caudalímetro} - \text{Valor Balança}}{\text{Valor Balança}} \times 100 \quad (\text{eq.7.1})$$

Tabela 7.3 – Resultados de ensaios realizados ao caudalímetro de Coriolis

Caudal Nominal (mL/h)	Valor médio caudal volúmico (balança) (mL/h)	Valor médio caudal volúmico (caudalímetro) (mL/h)	Desvio Padrão (mL/h)	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)	Erro de medição (%)
60	59,99	59,15	1,09	0,53	1,75	-1,40
60	59,96	58,28	0,34	0,85	2,77	-2,80
60	59,61	58,11	1,20	1,07	3,52	-2,52

Na análise aos resultados obtidos na tabela anterior, estes demonstram uma satisfatória estabilidade de leitura do sistema e reprodutibilidade. O erro de medição encontra-se acima daquilo que é especificado pelo fabricante nesta gama de caudal, no entanto, verifica-se que ao aplicar os valores de incerteza obtidos estes são compatíveis com o declarado pelo fabricante.

7.4. Estudo de Evaporação

O estudo de evaporação foi realizado na balança Sartorius CCE 2004 com o copo 2 (maior dimensão), uma vez que para a balança Mettler Toledo XP205 com o copo 1, esse estudo já tinha sido realizado, havendo conclusões acerca do comportamento da evaporação nessa mesma balança.

Este estudo foi concretizado tendo em conta o procedimento experimental descrito no subcapítulo 6.4.1 e consistiu na análise de massa evaporada ao longo de um determinado período de tempo. Na prática, o recipiente 2 foi colocado na balança Sartorius CCE 2004, com 400 mL de água e ao longo de 24 horas de ensaio foram realizadas 5 medições de massa, de forma a analisar a massa evaporada ao longo do tempo de ensaio.

Através da diferença da massa registada no início do ensaio e a massa registada após um determinado período de tempo, alcançou-se a quantidade de massa evaporada no respetivo período de tempo. De seguida converteu-se todos os valores de massa evaporada para volume evaporado, através da folha de cálculo “ Calibração em volume, pelo método gravimétrico” Por fim, fez-se uma estimativa de caudal evaporado, dividindo o volume evaporado pelo respetivo período de tempo.

Na tabela seguinte são apresentados os resultados do estudo de evaporação.

Tabela 7.4 - Resultados do estudo de evaporação

Tempo (s)	Massa (mg)	Massa evaporada (mg)	Volume evaporado (μL)	Caudal Evaporado (μL/s)
0	442323,2			
900	442320,8	2,4	2,40667	0,002674076
1800	442320,1	3,1	3,10861	0,001727007
5400	442310,2	13	13,03612	0,002414096
12600	442295,7	27,5	27,57641	0,002188604
86400	442123,5	172,2	172,67844	0,001998593

Tabela 7.5 – Média de caudal evaporado e desvio padrão

	μ L/s	mL/s
Média de caudal evaporado	0,00220048	2,20048E-06
Desvio Padrão	0,000163554	1,63554E-07

Calculou-se a média de caudais evaporados ao longo do ensaio, de forma a assumir esse valor como o valor de correção à evaporação, a somar a todos os resultados obtidos em ensaios realizados na balança *Sartorius* CCE 2004. Também o desvio padrão da média destes valores de caudal foi calculado, com o intuito de possibilitar o cálculo da incerteza associada à evaporação, como é descrito no capítulo 5.1.1.

7.5. Validação parcial do padrão desenvolvido – 1ª Montagem Experimental

Nesta fase inicial do projeto procurou-se obter os primeiros resultados indicativos e preliminares acerca da montagem experimental. Como já foi referido anteriormente, nesta fase, ainda não era possível a validação total do padrão pelo método gravimétrico, devido a limitações impostas pela balança utilizada, pelo que, o objetivo era apenas recolher os primeiros resultados que permitissem indicar uma correta montagem experimental.

Foram testados três valores de caudal diferentes, sendo realizados três ensaios em condições distintas para cada valor de caudal.

Todo o tratamento dos dados adquiridos nestes ensaios foi realizado na folha de cálculo “Medição de micro caudal”.

$$\text{Erro Caudalímetro (\%)} = \frac{\text{Valor Caudalímetro} - \text{Valor Balança}}{\text{Valor Balança}} \times 100 \quad (\text{eq.7.2})$$

No quadro seguinte são apresentados os resultados referidos para diferentes valores de caudal.

Tabela 7.6 - Resultados dos ensaios efetuados ao caudalímetro utilizando a balança Mettler Toledo XP205

N.º ensaio	Caudal (mL/h)	Erro Caudalímetro (%)	Incerteza Expandida (%)
1	200	0,38	0,21
2	200	0,60	0,53
3	200	0,55	0,15
1	400	0,03	0,16
2	400	0,05	0,13
3	400	0,01	0,16
1	600	0,13	0,15
2	600	0,16	0,15
3	600	0,16	0,13

De seguida apresenta-se uma representação gráfica dos resultados anteriores.

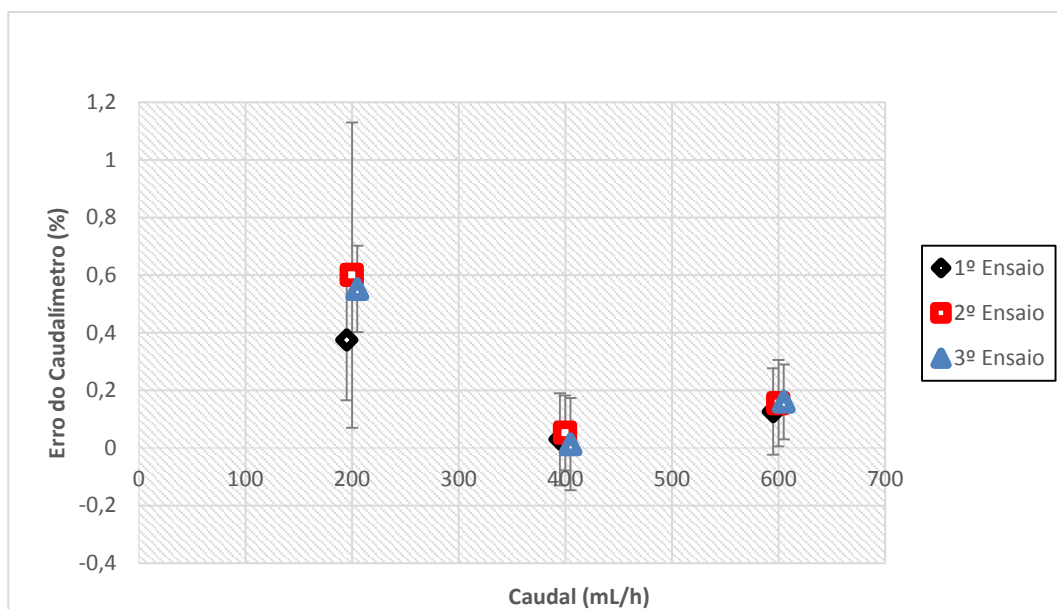


Figura 7.2- Repetibilidade do erro do caudalímetro

Os resultados obtidos nesta primeira fase foram bastantes positivos, sendo indicativos de uma boa reprodutibilidade e estabilidade do sistema entre 200 mL/h e 600 mL/h. Pode-se constatar que no ensaio de 200 mL/h, os valores do erro de leitura do caudalímetro e a incerteza associada são maiores, uma vez que para caudais mais baixos os fatores que contribuem para a incerteza, nomeadamente a existência de bolhas e a temperatura, têm uma maior influência.

7.6. Validação completa do padrão desenvolvido - 2ª Montagem Experimental

Nesta 2ª montagem experimental procedeu-se à validação total do padrão desenvolvido, através do método gravimétrico. Foram realizadas três fases de ensaios, em condições distintas de modo a compreender o comportamento e as variações de leitura do padrão ao longo do tempo e em variadas condições ambientais.

Para cada fase de ensaios foram testados 10 pontos de caudal da gama de leitura do padrão, realizando-se três ensaios para cada ponto. Nos gráficos e quadros seguintes apresentam-se os resultados obtidos nos ensaios realizados nesta montagem experimental, nas diferentes fases de teste.

- **Ensaios de Repetibilidade**

Nesta fase foi testada a repetibilidade dos ensaios e a estabilidade do sistema, para isso ensaiaram-se três vezes cada ponto de caudal, ao longo de três diferentes fases de ensaio.

Todo o tratamento de dados foi feito através de um documento Excel, com nome “ Medição de micro caudal”. O Erro do caudalímetro foi calculado com a seguinte equação.

$$\text{Erro Caudalímetro (\%)} = \frac{\text{Valor Caudalímetro} - \text{Valor Balança}}{\text{Valor Balança}} \times 100 \quad (\text{eq.7.3})$$

1ª Fase de Ensaio

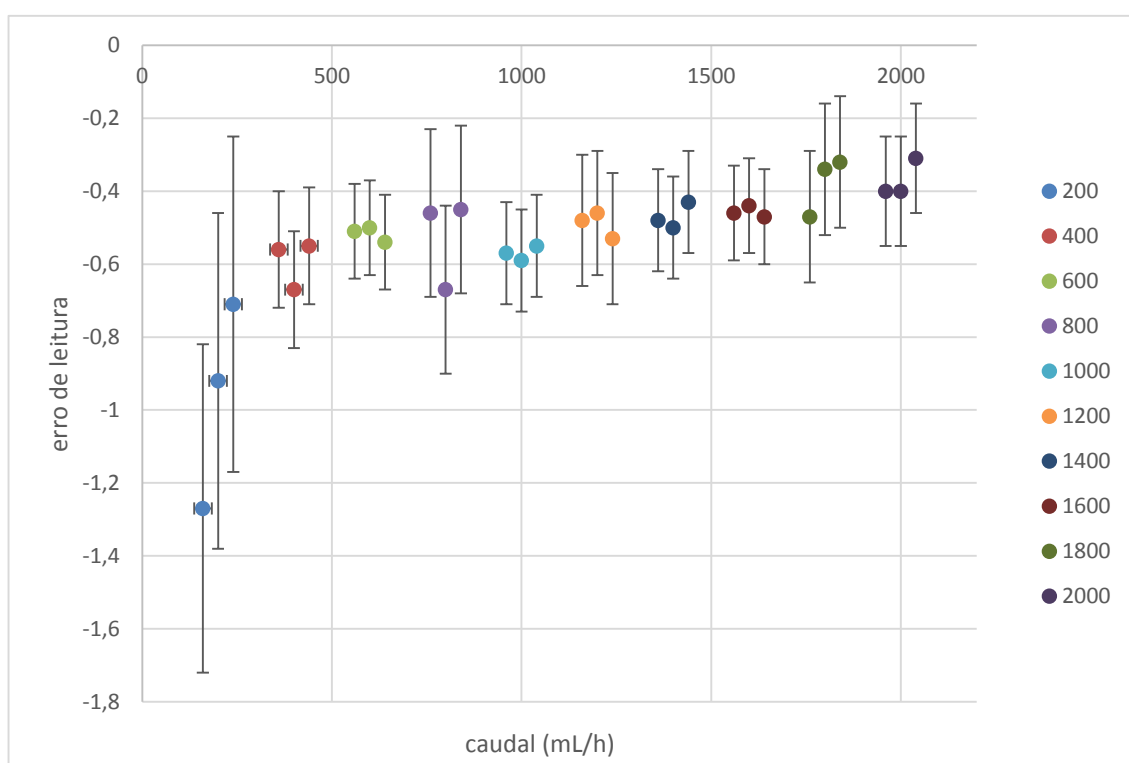


Figura 7.3 - Repetibilidade 1ª Fase de ensaios

2ª Fase de Ensaios

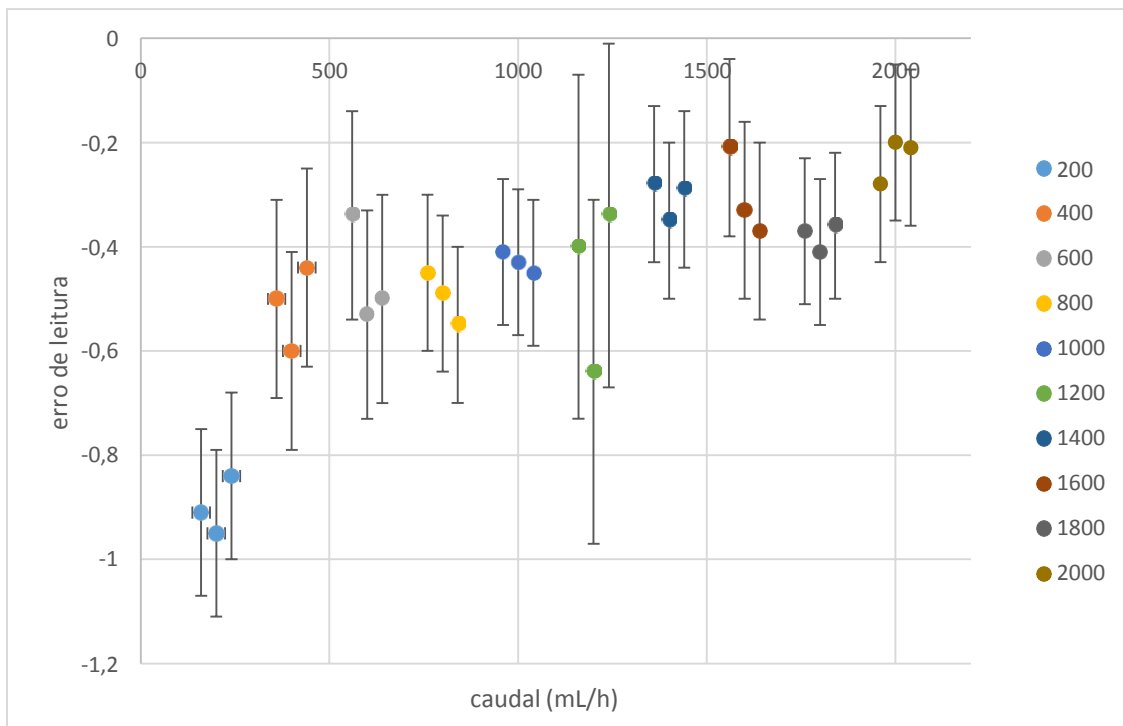


Figura 7.4 - Repetibilidade 2ª Fase de ensaios

3ª Fase de Ensaios

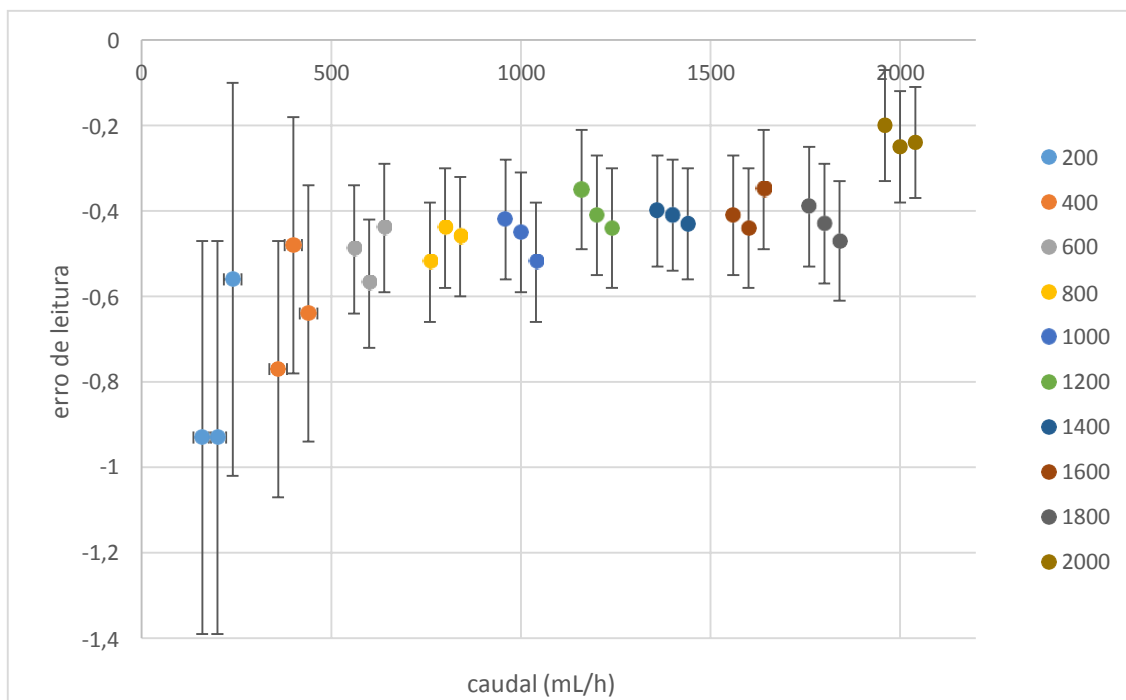


Figura 7.5 - Repetibilidade 3ª Fase de ensaios

- **Ensaaios de Reprodutibilidade**

Para avaliação da reprodutibilidade dos resultados obtidos, os três ensaios realizados a cada ponto de caudal transformaram-se num único valor de caudal médio, sendo a incerteza expandida assumida, aquela de maior valor desses mesmos ensaios.

O erro de leitura do caudalímetro foi calculado de acordo com a seguinte equação.

$$\text{Erro Caudalímetro (\%)} = \frac{\text{Valor Caudalímetro} - \text{Valor Balança}}{\text{Valor Balança}} \times 100 \quad (\text{eq.7.4})$$

1ª Fase de Ensaaios

Tabela 7.7 - Resultados 1ª fase de ensaios

Caudal (g/h)	Caudal Médio de 3 ensaios (Balança) (mL/h)	Caudal Médio de 3 ensaios (caudalímetro) (mL/h)	Erro Caudalímetro (%)	Incerteza Expandida (%)
200	202,51	200,56	-0,97	0,45
400	403,66	401,26	-0,59	0,16
600	604,92	601,80	-0,52	0,14
800	806,70	802,45	-0,53	0,20
1000	1008,86	1003,12	-0,57	0,14
1200	1209,73	1203,79	-0,49	0,14
1400	1411,19	1404,57	-0,47	0,14
1600	1605,01	1612,35	-0,45	0,14
1800	1812,78	1805,96	-0,47	0,18
2000	2014,17	2006,72	-0,40	0,15

2ª Fase de Ensaios

Tabela 7.8 - Resultados 3ª Fase de ensaios

Caudal (g/h)	Caudal Médio de 3 ensaios (Balança) (mL/h)	Caudal Médio de 3 ensaios (caudalímetro) (mL/h)	Erro Caudalímetro (%)	Incerteza Expandida (%)
200	202,45	200,63	-0,90	0,16
400	403,46	401,40	-0,51	0,19
600	604,15	602,10	-0,34	0,21
800	806,64	802,62	-0,50	0,15
1000	1007,64	1003,33	-0,43	0,14
1200	1209,73	1204,16	-0,46	0,33
1400	1409,23	1404,92	-0,31	0,15
1600	1610,63	1605,70	-0,31	0,17
1800	1813,35	1806,44	-0,38	0,14
2000	2011,85	2007,13	-0,23	0,15

3ª Fase de Ensaios

Tabela 7.9 - Resultados 3ª Fase de ensaios

Caudal (g/h)	Caudal Médio de 3 ensaios (Balança) (mL/h)	Caudal Médio de 3 ensaios (caudalímetro) (mL/h)	Erro Caudalímetro (%)	Incerteza Expandida (%)
200	202,12	200,49	-0,81	0,46
400	403,49	400,95	-0,63	0,30
600	604,62	601,59	-0,50	0,15
800	806,06	802,23	-0,47	0,14
1000	1007,49	1002,82	-0,46	0,14
1200	1208,26	1203,41	-0,40	0,14
1400	1409,36	1403,49	-0,42	0,13
1600	1610,63	1604,23	-0,40	0,14
1800	1812,83	1805,03	-0,43	0,14
2000	2010,40	2005,78	-0,23	0,13

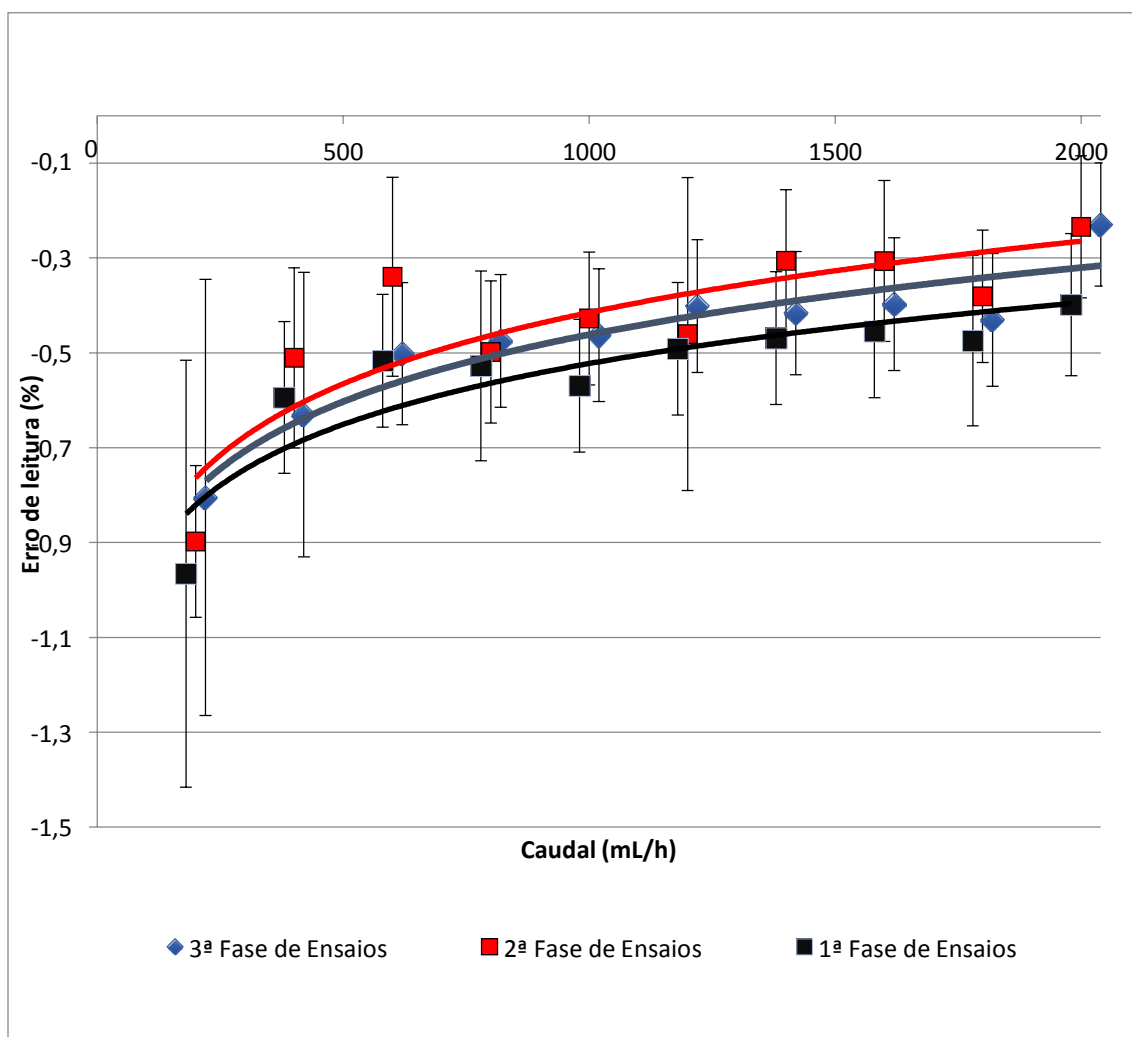


Figura 7.6 - Reprodutibilidade dos resultados das 3 fases

Em primeiro lugar é de referir que, comparando os erros obtidos nos ensaios realizados na primeira montagem experimental, para os caudais de 200, 400 e 600 mL/h e os erros obtidos nos ensaios realizados na segunda montagem experimental, para os mesmos caudais, verifica-se que estes apresentam uma pequena discrepância.

A razão que pode ter contribuído para discrepância referida é o facto de, na segunda montagem experimental, a aquisição de dados da balança não ter sido feita diretamente para o computador, com recurso a aplicação informática desenvolvida em *LabView®*, podendo assim ser um fator que contribui para o aumento da incerteza. Por fim referir ainda, as variações de temperatura que foram ocorrendo, colocando-a por vezes em valores acima do recomendado e provocando taxas de evaporação acima do expectado, que contribuem para o aumento do erro de leitura do equipamento e respetivas incertezas.

Em segundo lugar deve-se avaliar o comportamento do padrão desenvolvido, ao longo das três fases de ensaios, que conduziram à sua validação completa pelo método gravimétrico. É de mencionar que, de modo geral, em qualquer fase de ensaios o erro de leitura do padrão é mais elevado no caudal em teste mais baixo, diminuindo progressivamente à medida que o caudal em teste é superior. Isto é um bom indicador, uma vez que é o comportamento usual neste tipo de equipamentos

Verifica-se que para o caudal de 200 mL/h o erro de leitura do padrão situa-se à volta de -0,90 %, enquanto para o caudal de 2000 mL/h, o erro de leitura do padrão encontra-se na ordem de -0,23 %. Este comportamento era algo expectável, uma vez que, em caudais mais baixos os fatores que contribuem para a incerteza, como a temperatura e bolhas de ar na tubagem, têm um papel mais determinante. Quanto aos valores de incerteza constata-se que, de modo geral, tendem a baixar com o aumentar do caudal em teste, devido à razão referida anteriormente.

Pela análise dos valores de erro de leitura para os diferentes caudais em teste e nas diferentes fases de ensaio considera-se que a repetibilidade e a reprodutibilidade dos ensaios efetuados encontram-se em patamares bastante positivos, verificando-se que os valores de erro encontram-se sempre dentro das respetivas incertezas expandidas.

Para finalizar, atendendo às três fases de ensaios que conduziram a três curvas de calibração do padrão, deve-se referir que a curva de calibração que serviu de suporte para cálculos realizados, nomeadamente para correção de caudal, na calibração de um caudalímetro através do padrão implementado (3ª Montagem experimental), foi a curva referente à terceira fase de ensaios. Esta escolha prende-se com o facto de, a experiência e a qualidade, com que os procedimentos experimentais são realizados tendem a aumentar com o repetir dos sucessivos ensaios em causa, considerando-se portanto que, a terceira fase de ensaios foi a que decorreu com maior experiência e eficácia.

7.7. Calibração de um caudalímetro usando o padrão implementado – 3ª

Montagem Experimental

Nesta fase pretendeu-se testar o padrão implementado, naquilo que vai ser a sua função, ou seja, na calibração de outros caudalímetros.

O caudal em teste tem o valor de 200 mL/h, uma vez que, é o valor mínimo de caudal em que a marca do padrão garante mais estabilidade e fiabilidade de leitura e por outro lado é o valor máximo de leitura do caudalímetro, que se encontra em calibração. Foram realizadas três fases de ensaios e em cada uma delas, o caudal de 200 mL/h foi testado três vezes.

O tratamento de dados foi feito num documento de Excel da minha autoria e o erro do caudalímetro em teste foi calculado de acordo com a seguinte equação.

$$\text{Erro Caudalímetro (\%)} = \frac{V_{\text{medio}} \text{ Caudalímetro teste} - V_{\text{medio}} \text{ caudaliemtro padrão}}{V_{\text{medio}} \text{ Caudalímetro padrão}} \times 100 \quad (\text{eq.7.5})$$

- **Ensaio de Repetibilidade**

Tabela 7.10- Resultados resultantes de 3 fases de ensaio

	Caudal (mL/h)	Caudal Padrão (mL/h)	Caudal Padrão corrigido (mL/h)	Caudal caudalímetro (mL)	Erro Caudalímetro (%)	Incerteza Expandida (%)
1ª Fase	200	200,001	201,6233	200,9813	-0,32	0,46
	200	200,000	201,6232	201,0437	-0,29	0,46
	200	200,000	201,6232	201,0268	-0,30	0,46
2ª Fase	200	200,000	201,6217	201,6062	-0,01	0,46
	200	200,000	201,6217	201,7812	0,08	0,46
	200	200,0313	201,6530	201,8124	0,08	0,46
3ª Fase	200	200,000	201,6224	201,8145	0,17	0,46
	200	200,11	201,7324	201,9843	0,12	0,46
	200	200,10	201,7223	201,9745	0,05	0,46

- **Reprodutibilidade**

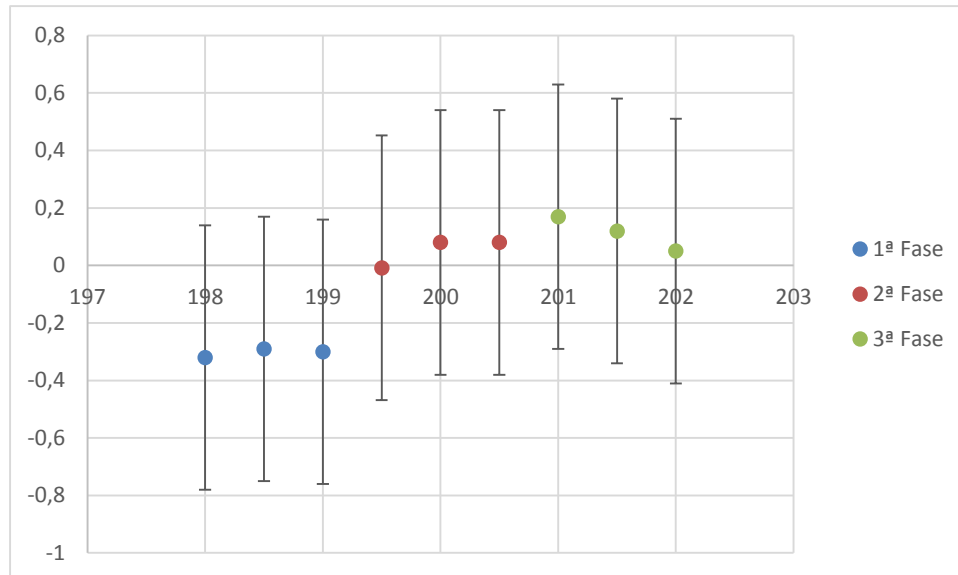


Figura 7.7 - Reprodutibilidade dos resultados

Antes de fazer qualquer consideração sobre os resultados obtidos nesta fase, deve-se referir que, o número de ensaios realizados nesta montagem experimental não são suficientes para tecer considerações completamente definitivas, acerca do padrão implementado. A verdade é que existiram alguns condicionamentos que afetaram a realização de um maior número de ensaios, tais como, a temperatura do laboratório encontrar-se muito acima das especificações exigidas para este tipo de ensaios e os problemas em estabelecer o caudal pretendido, uma vez que o sistema padrão apenas se encontrava preparado para trabalhar com uma pressão de saída de valor zero, algo que já foi referido anteriormente.

Posto isto, analisando os resultados obtidos, observa-se os resultados indicam uma boa repetibilidade, reprodutibilidade e estabilidade de leitura do sistema, percebendo-se que em todos eles, os erros de leitura se encontram dentro das incertezas expandidas.

Quanto ao valor da incerteza expandida, pode-se considerar ligeiramente elevada e mantém-se sensivelmente constante ao longo de todos os ensaios, o que poderia ser algo expectável uma vez que o caudal em teste é o mesmo em todos eles.

8. Conclusões/Desenvolvimentos Futuros

Ao longo do desenvolvimento deste projeto, algumas foram as dificuldades que surgiram ao longo do projeto. De início, após a instalação do caudalímetro e bomba acoplada, verificaram-se algumas dificuldades na monitorização de caudal pela bomba, uma vez que, a documentação que acompanhava o equipamento não prestava um apoio eficaz para a utilização do mesmo, sendo portanto necessária alguma pesquisa de documentos que pudessem facilitar a utilização do equipamento. De seguida referir que a temperatura excessiva no laboratório foi um fator que trouxe algumas dificuldades à validação do caudalímetro e bomba, pelo método gravimétrico, dado que quando a temperatura é demasiadamente excessiva, não era de todo aconselhável a realização de ensaios. Outra limitação que surgiu numa fase intermediária do projeto foi o facto de a validação total do caudalímetro e bomba, não ter sido feita com a aquisição de dados da balança de forma automática para o computador. Inicialmente era previsto a aquisição de dados ser feita diretamente para o computador através de uma aplicação informática desenvolvida em ambiente *LabView®*, algo que por motivos técnicos, foi-se mostrando impossível. Portanto foi necessário realizar o registo dos valores de pesagem da balança de forma manual, fator que acrescentou alguma incerteza e variabilidade ao processo de validação.

Para terminar as referências às dificuldades encontradas, referir os problemas de pressão manifestados na última montagem experimental, devido ao facto de o caudalímetro e bomba, apenas virem especificados para funcionarem com pressão de saída igual a zero.

Esta condicionante atrasou e por vezes impossibilitou a realização de ensaios, não permitindo assim ter a quantidade de resultados exigidos, para que fosse possível a afirmação de conclusões mais sólidas, efetivas e sustentadas.

Abordando agora os resultados obtidos na validação do sistema padrão, deve-se referir que estes apresentam boa repetibilidade, reprodutibilidade e estabilidade. Pode-se verificar que o caudal de 200 g/h é o que apresenta valores de erro de leitura e incerteza associadas maiores, 0.90% e 0.45% respetivamente. Para o maior valor de caudal testado (600 g/h), os valores de erro e incerteza associada rondam os 0.15% e 0.13% respetivamente. Portanto, os valores de erro de leitura e incerteza associada tendem a baixar à medida que o caudal em teste é superior, uma vez que, os parâmetros que afetam a incerteza têm uma influencia maior em caudais mais baixos. Esta evolução seria algo expectável, uma vez que é o comportamento típico neste tipo de equipamentos.

Quanto à última montagem experimental, como já foi referido, não foram realizados ensaios em quantidade suficiente para sustentarem conclusões definitivas, no entanto, verifica-se que os resultados possuem uma boa repetibilidade e reprodutibilidade.

Para o caudal de 200 mL/h verifica-se um erro de leitura entre -0.32 % e 0.17 % e uma incerteza expandida de 0.46 %, valor este de incerteza que se mantém constante ao longo dos ensaios, uma vez que o caudal em teste mantém-se constante, assim como, as condições em que os ensaios decorreram.

O desenvolvimento deste padrão tinha como objetivo aumentar a capacidade de calibração de contadores de fluídos do Laboratório de Volume e Caudal do Instituto Português da Qualidade. Grande parte do trabalho foi desenvolvido, no entanto, o padrão ainda não se encontra com todas as garantias para cumprir a sua função com a máxima fiabilidade.

Devem ser realizados mais testes referentes à validação do padrão pelo método gravimétrico, usando a aplicação informática para recolha automática de dados da balança. Considero ainda que, após a confirmação da validação do padrão e dos resultados obtidos até ao momento, no âmbito da última montagem experimental efetuada, devem-se realizar mais ensaios com as temperaturas recomendadas.

Após estes desafios futuros mencionados e havendo mais resultados que confirmem os que foram obtidos até ao momento, o padrão implementado encontra-se em condições para cumprir a função para que foi desenvolvido.

Referências Bibliográficas

- [1] E. Batista, “Estruturas da Qualidade”, Documento Interno, Laboratório de Volume e Caudal – IPQ, 2015;
- [2] Instituto Português da Qualidade, “Metrologia – em Síntese”, Caparica: Tipografia Peres, 2001;
- [3] E. Batista, “Metrologia”, Documento Interno, Laboratório de Volume e Caudal– IPQ, 2015;
- [4] E. Batista, “Calibração de Material Volumétrico, Documento Interno, Laboratório de Volume e Caudal – 2010;
- [5] NP EN ISO 4787 – Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização;
- [6] EURAMET, “Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration”, versão 2.1, Março 2012;
- [7] E. Batista, “Medição de Caudal”, Documento Interno, Laboratório de Volume e Caudal– IPQ;
- [8] Elsa Batista, Procedimento técnico “Calibração de caudalímetros de líquidos pelo método gravimétrico” – IPQ, Caparica, 2015;
- [9] Siemens, “Siemens FC430 Coriolis Meter – How it works”, Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=D7nRK25lugA>, Acesso em: 23 Janeiro 2016;
- [10] Miroslava Benkova e Ivan Mikulecky, “Primary Standard and Traceability chain for Microflow of liquids”, Czech Institute of Metrology e Slovak Institute Metroly;
- [11] André Barreira, “Otimização de um Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos entre 20 mL/h a 0.006 mL/h e Extensão da Capacidade para 600 mL/h, IPQ em colaboração com FCT-UNL/DEMI, 2013;
- [12] António Cruz, “Incerteza de Medição” Introdução ao conceito – IPQ, Dezembro 2005;
- [13] JCGM 2008, Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement, 1ª ed., 2008;
- [14] IPQ, Vocabulário Internacional de Metrologia, 1ª Edição Luso-Brasileira, Caparica, 2012;
- [15] Elsa Batista, Procedimento Técnico “Calibração de caudalímetros de líquidos pelo método gravimétrico” – IPQ, Caparica, 2015;
- [16] International Organization of Legal Metrology, OIML R 111 – weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3 – 2004;
- [17] Swagelok Company, “Catalog Stainless Steel Tubing – Imperial Sizes, USA, 2010;
- [18] Bronkhorst, Catalog Mini Cori-Flow Liquids and Gases, Netherlands;
- [19] Mettler, “Ficha técnica de balanças analíticas Excellence Plus XP”, Suíça;
- [20] Sartorius Mechatronics, “Operating Instructions”, Julho 2008;
- [21] BBraun, Perfusor Space e acessórios, “Instruções de uso” – December, 2010, Germany;
- [22] Elsa Batista, Procedimento Técnico “Calibração em caudal de instrumentos doseadores de líquidos pelo método gravimétrico” – IPQ, Caparica, 2015;

- [23] BBraun, Infusomat Space e acessórios, “Instruções de uso” – December, 2010, Germany;
- [24] N.Almeida, Procedimento Técnico “ Calibração de balanças no Laboratório de Volume”, LCM – IPQ, 2012;